

012030401 **Image available**

WPI Acc No: 1998-447311/199838

Pollution control devices - comprising housing, monolithic structure within housing and flexible intumescent multilayer sheet comprising at least one non-mouldable flexible non-intumescent layer and at least one non-mouldable intumescent layer

Patent Assignee: MINNESOTA MINING & MFG CO (MINN); 3M CO (MINN); HOWORTH G F (HOWO-I); LANGER R L (LANG-I); SANOCKI S M (SANO-I); 3M INNOVATIVE PROPERTIES CO (MINN)

Inventor: HOWORTH G F; LANGER R L; SANOCKI S M

Number of Countries: 081 Number of Patents: 019

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
WO 9835144	A1	19980813	WO 98US1055	A	19980128	199838 B
AU 9862443	A	19980826	AU 9862443	A	19980128	199902
EP 972130	A1	20000119	EP 98904604	A	19980128	200009
			WO 98US1055	A	19980128	
BR 9807177	A	20000125	BR 987177	A	19980128	200022
			WO 98US1055	A	19980128	
US 6051193	A	20000418	US 97796827	A	19970206	200026
CN 1246912	A	20000308	CN 98802249	A	19980128	200030
MX 9907138	A1	20000201	MX 997138	A	19990802	200123
US 6224835	B1	20010501	US 97796827	A	19970206	200126
			US 97990961	A	19971215	
KR 2000070831	A	20001125	WO 98US1055	A	19980128	200131
			KR 99707094	A	19990805	
US 20010046456	A1	20011129	US 97796827	A	19970206	200202
			US 97990961	A	19971215	
			US 2001789075	A	20010220	
US 6365267	B1	20020402	US 97796827	A	19970206	200226
			US 99397465	A	19990916	
JP 2002514283	W	20020514	JP 98534652	A	19980128	200236
			WO 98US1055	A	19980128	
US 6458418	B2	20021001	US 97796827	A	19970206	200268
			US 97990961	A	19971215	
			US 2001789075	A	20010220	
EP 1314866	A2	20030528	EP 98904604	A	19980128	200336
			EP 20034307	A	19980128	
CN 1429971	A	20030716	CN 99802249	A	19990128	200363
			CN 2002148245	A	19990128	
EP 972130	B1	20040331	EP 98904604	A	19980128	200426
			WO 98US1055	A	19980128	
			EP 20034307	A	19980128	
DE 69822804	E	20040506	DE 98622804	A	19980128	200434
			EP 98904604	A	19980128	
			WO 98US1055	A	19980128	
MX 219468	B	20040319	WO 98US1055	A	19980128	200474
			MX 997138	A	19990802	
CN 1098771	C	20030115	CN 98802249	A	19980128	200532

Priority Applications (No Type Date): US 97990961 A 19971215; US 97796827 A

This Page Blank (uspto)

19970206; US 2001789075 A 20010220; US 99397465 A 19990916

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

This Page Blank (uspto)

Abstract (Basic): WO 9835144 A

A pollution control device comprises: (a) a housing; (b) a monolithic structure disposed within the housing; and (c) a flexible intumescent multilayer sheet, between the housing and the monolithic structure, comprising at least one non-mouldable flexible non-intumescent layer, and at least one non-mouldable intumescent layer, the layers forming a single sheet without the use of auxiliary bonding means. Also claimed are: (i) pollution control devices as claimed above, except (c) comprises a flexible intumescent multilayer sheet between the housing and monolithic structure comprising a first non-mouldable flexible intumescent layer comprising unexpanded vermiculite ore, unexpanded treated vermiculite ore, partially dehydrated vermiculite ore, expandable graphite or expandable sodium silicate; and a second non-mouldable flexible intumescent layer comprising unexpanded vermiculite ore, unexpanded treated vermiculite ore, partially dehydrated vermiculite ore, expandable graphite and/ or expandable sodium silicate, but not that material contained in the first layer; and (ii) a pollution control device comprising a metal housing with a peripheral wall; a pollution control monolith within the metal housing and defining a circumferential gap between the monolith and the wall; and a mounting mat between monolith and wall within the gap for positioning and supporting the monolith with reduced mechanical and thermal shock; the mat comprising an inner layer of non-intumescent material toward the monolith, composed of 0-50 wt.% of shot-free inorganic fibres, 40-98 wt.% of inorganic binder with shot, and binder; and an outer layer toward the peripheral wall, composed of 20-65 wt.% of intumescent particles and binder.

USE - The flexible intumescent sheets are used as fire stops or as mounting mats for catalytic converters and diesel particulate filters or traps.

ADVANTAGE - The sheets reduce the mechanical and thermal shock sustained by the monolithic structures they support.

Dwg.1/12

This Page Blank (uspto)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマート* (参考)
F 0 1 N 3/28	3 1 1	F 0 1 N 3/28	3 1 1 N
B 3 2 B 7/02	1 0 5	B 3 2 B 7/02	1 0 5

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 71 頁)

(21) 出願番号 特願平10-534652
 (86) (22) 出願日 平成10年1月28日 (1998.1.28)
 (85) 翻訳文提出日 平成11年8月5日 (1999.8.5)
 (86) 国際出願番号 P C T / U S 9 8 / 0 1 0 5 5
 (87) 国際公開番号 W O 9 8 / 3 5 1 4 4
 (87) 国際公開日 平成10年8月13日 (1998.8.13)
 (31) 優先権主張番号 0 8 / 7 9 6 , 8 2 7
 (32) 優先日 平成9年2月6日 (1997.2.6)
 (33) 優先権主張国 米国 (U S)
 (31) 優先権主張番号 0 8 / 9 9 0 , 9 6 1
 (32) 優先日 平成9年12月15日 (1997.12.15)
 (33) 優先権主張国 米国 (U S)

(71) 出願人 ミネソタ マイニング アンド マニユ
 ファクチャリング カンパニー
 アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-1000,
 セント ポール, スリーエム センター
 (72) 発明者 ランガー, ロジャー エル.
 アメリカ合衆国, ウィスコンシン 54016,
 ハドソン, ハイウェイ35 553
 (72) 発明者 サノキ, スティーブン エム.
 アメリカ合衆国, ミネソタ 55082, ステ
 イルウォーター, リーワード アベニュー
 ノース 7750
 (74) 代理人 弁理士 石田 敬 (外4名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多層膨張性シート

(57) 【要約】

多層膨張性マットまたはシート (30) が汚染防止装置 (20) の取り付け用に、または防火仕切りとして有用である。一つの実施例において、本発明の多層膨張性シートは、補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、非成形性の可撓性非膨張性層と、膨張性材料を含む非成形性の可撓性膨張性層とを含む。前記マットは望ましくは、かなりの比率のショットを含む無機繊維と、わずかな比率のショットを含まない無機繊維及び膨張性材料とを含む。別の実施例において、本発明の多層膨張性シートは、補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、第1の膨張性材料を含む第1の非成形性の膨張性層と、第2の膨張性材料を含む第2の非成形性の膨張性層とを含み、前記第1及び第2の膨張性材料は異なっている。本発明はまた、モノリスとハウジングとの間に配置される本発明の多層シートを含む汚染防止装置を提供する。

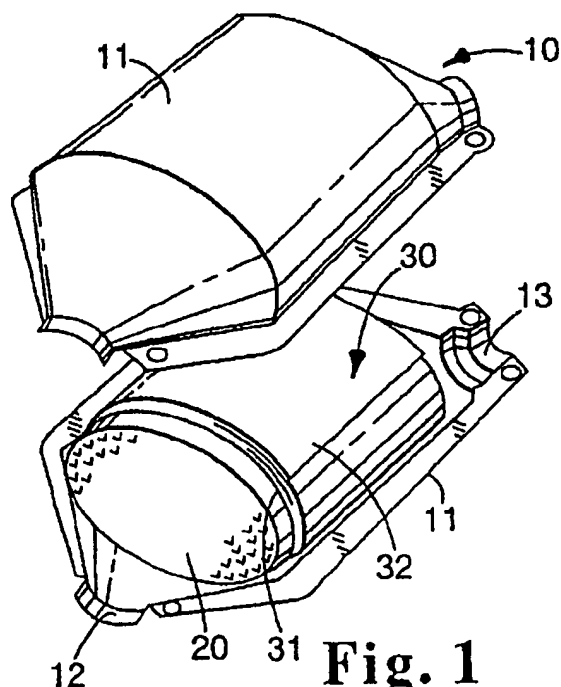


Fig. 1

【特許請求の範囲】

1. (a) ハウジングと、
(b) 該ハウジング内に配置されたモノリシック構造体と、
(c) 補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、
(A) 少なくとも一つの非成形性の可撓性非膨張性層と、
(B) 膨張性材料を含む少なくとも一つの非成形性の可撓性膨張性層と、を含む該ハウジングと該モノリシック構造体との間に配置された可撓性膨張性多層シートと、を含む汚染防止装置。
 2. 前記多層シートの前記非成形性の可撓性膨張性層が、膨張性材料と有機結合剤とを含む請求項 1 に記載の汚染防止装置。
 3. 前記非成形性の可撓性膨張性層が、約 5 ～ 約 8.5 乾燥重量パーセントの膨張性材料と、約 0.5 以上 2.0 乾燥重量パーセント未満の有機結合剤とを含む請求項 2 に記載の汚染防止装置。
 4. 前記多層シートの前記非成形性の可撓性膨張性層が、膨張性材料、有機結合剤、及び無機繊維を含む請求項 2 に記載の汚染防止装置。
 5. 前記非成形性の可撓性膨張性層が、約 5 ～ 約 8.5 乾燥重量パーセントの膨張性材料と、約 0.5 ～ 約 1.5 乾燥重量パーセントの有機結合剤と、約 1.0 ～ 約 6.5 乾燥重量パーセントの無機繊維と、含む請求項 4 に記載の汚染防止装置。
 6. 前記非成形性の可撓性非膨張性層が、無機繊維と有機結合剤とを含む請求項 1 に記載の汚染防止装置。
 7. 前記非成形性の可撓性非膨張性層が、約 1.0 ～ 約 99.5 乾燥重量パーセントの無機繊維と、約 0.5 ～ 約 2.0 乾燥重量パーセントの有機結合剤と、を含む請求項 7 に記載の汚染防止装置。
8. (a) ハウジングと、

- (b) 該ハウジング内に配置されたモノリシック構造体と、
(c) 補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、(A) 未膨張のパーマキュライト鉱石を含む第 1 の非成形性の可撓性膨張性層と、
(B) 未膨張の処理パーマキュライト鉱石、部分脱水パーマキュライト鉱石、膨張

性グラファイト、膨張性ケイ酸ナトリウム、またはそれらの混合物である膨張性材料を含む第2の非成形性の可撓性膨張性層と、を含む該ハウジングと該モノリシック構造体との間に配置された可撓性膨張性多層シートと、を含む汚染防止装置。

9. (a) ハウジングと、

(b) 該ハウジング内に配置されたモノリシック構造体と、

(c) 補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、(A)未膨張の処理パーミキュライト鉱石を含む第1の非成形性の可撓性膨張性層と、(B)未膨張のパーミキュライト鉱石、部分脱水パーミキュライト鉱石、膨張性グラファイト、膨張性ケイ酸ナトリウム、またはそれらの混合物である膨張性材料を含む第2の非成形性の可撓性膨張性層と、を含む該ハウジングと該モノリシック構造体との間に配置された可撓性膨張性多層シートと、を含む汚染防止装置。

10. (a) ハウジングと、

(b) 該ハウジング内に配置されたモノリシック構造体と、

(c) 補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、(A)部分脱水パーミキュライト鉱石を含む第1の非成形性の可撓性膨張性層と、

(B)未膨張のパーミキュライト鉱石、未膨張の処理パーミキュライト鉱石、膨張性グラファイト、膨張性ケイ酸ナトリウム、またはそれらの混合物である膨張性材料を含む第2の非成形性の可撓性

膨張性層と、を含む該ハウジングと該モノリシック構造体との間に配置された可撓性膨張性多層シートと、を含む汚染防止装置。

11. (a) ハウジングと、

(b) 該ハウジング内に配置されたモノリシック構造体と、

(c) 補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、(A)膨張性グラファイトを含む第1の非成形性の可撓性膨張性層と、

(B)未膨張のパーミキュライト鉱石、未膨張の処理パーミキュライト鉱石、部分脱水パーミキュライト鉱石、膨張性ケイ酸ナトリウム、またはそれらの混合物である膨張性材料を含む第2の非成形性の可撓性膨張性層と、を含む該ハウジ

ングと該モノリシック構造体との間に配置された可撓性膨張性多層シートと、を含む汚染防止装置。

12. (a)ハウジングと、

(b)該ハウジング内に配置されたモノリシック構造体と、

(c)補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、(A)膨張性ケイ酸ナトリウムを含む第1の非成形性の可撓性膨張性層と、

(B)未膨張のパーミキュライト鉱石、未膨張の処理パーミキュライト鉱石、部分脱水パーミキュライト鉱石、膨張性グラファイト、またはそれらの混合物である膨張性材料を含む第2の非成形性の可撓性膨張性層と、を含む該ハウジングと該モノリシック構造体との間に配置された可撓性膨張性多層シートと、を含む汚染防止装置。

13. 前記第1及び第2の膨張性層が更に、無機繊維及び有機結合剤を含む請求項8、9、10、11、または12に記載の汚染防止装置。

14. 前記第1の非成形性の可撓性膨張性層が、約20乾燥重量

パーセント～約65乾燥重量パーセントの部分脱水パーミキュライト鉱石と、約10乾燥重量パーセント～約65乾燥重量パーセントの無機繊維と、約0.5乾燥重量パーセント～約20乾燥重量パーセントの有機結合剤とを含み、前記第2の非成形性の可撓性膨張性層が、約5～約85乾燥重量パーセントの膨張性材料と、約0.5～約15乾燥重量パーセントの有機結合剤と、約10～約65乾燥重量パーセントの無機繊維と、を含む請求項13に記載の汚染防止装置。

15. (a)ハウジングと、

(b)該ハウジング内に配置されたモノリシック構造体と、

(c)(A)未膨張パーミキュライト鉱石、未膨張の処理パーミキュライト鉱石、部分脱水パーミキュライト鉱石、膨張性グラファイト、及び膨張性ケイ酸ナトリウムからなる群から選択される少なくとも2つの膨張性材料の混合物を含む第1の非成形性の可撓性膨張性層と、

(B)未膨張のパーミキュライト鉱石、未膨張の処理パーミキュライト鉱石、部分脱水パーミキュライト鉱石、膨張性グラファイト、または膨張性ケ

イ酸ナトリウムである膨張性材料を含む第2の非成形性の可撓性膨張性層と、を含む該ハウジングと該モノリシック構造体との間に配置された可撓性膨張性多層シートと、を含む汚染防止装置。

16. 前記第1の非成形性の可撓性膨張性層中の前記膨張性混合物の前記少なくとも2つの膨張性材料が未膨張のバーミキュライト鉱石及び膨張性グラファイトであり、前記第2の非成形性の膨張性層中の前記膨張性材料が未膨張のバーミキュライト鉱石、未膨張の処理バーミキュライト鉱石、またはそれらの混合物である請求項15に記載の汚染防止装置。

17. 前記第1の非成形性の可撓性膨張性層が前記膨張性混合物

を約20～約90パーセント含有し、該膨張性混合物が、該膨張性混合物の重量に対して、5～約95乾燥重量パーセントの未膨張バーミキュライト鉱石と、約95～約5乾燥重量パーセントの膨張性グラファイトとを含有し、前記第2の膨張性層中の膨張性材料が約10～約65乾燥重量パーセントの量で存在する請求項16に記載の汚染防止装置。

18. 外周壁を有する金属ハウジングと、
該金属ハウジング内に配置される汚染防止モノリスであって、該外周壁との間の周間隙を規定する汚染防止モノリスと、
該周間隙内に該汚染防止モノリスと該外周壁との間に配置されて該汚染防止モノリスを位置決めすると共に、低減された機械衝撃及び熱衝撃で該汚染防止モノリスを担持する取り付けマットであって、0乾燥重量%より多く50乾燥重量%までのショットを含まない無機繊維と、40～98乾燥重量%のショットを有する無機繊維と、結合剤とを含む、該汚染防止モノリスに面した非膨張性材料の内層と、20～65乾燥重量%の膨張性粒子と、結合剤とを含む該外周壁に面した外層と、を含む取り付けマットとを含み、該取り付けマットが該周壁と該汚染防止モノリスとの間で圧縮されて取り付け圧を該汚染防止モノリス上加える汚染防止装置。

19. 前記外層が更に、ショットを含まない無機繊維0乾燥重量%より多く40乾燥重量%までと、ショットを有する無機繊維10～78乾燥重量%とを含む

請求項 18 に記載の汚染防止装置。

20. 前記外層の前記ショットを含まない無機繊維が、前記内層の前記ショットを含まない無機繊維と同じ種類であり、前記外層の前記ショットを有する無機繊維が、前記内層の前記ショットを有する無機繊維と同じ種類である請求項 19 に記載の汚染防止装置。

21. ショットを含まない無機繊維とショットを有する無機繊維

との相対比率が、前記内層と前記外層について同じである請求項 19 に記載の汚染防止装置。

22. 前記内層が厚さ t_i を有し、前記膨張性粒子が初期泡沸温度 T_{int} を有し、前記外層が式：

$$t_o \leq (t_o + t_i) (T_{int} - 25^\circ\text{C}) / 475^\circ\text{C}$$

の範囲内である厚さ t_o を有する、触媒コンバーターとしての請求項 18 に記載の汚染防止装置。

23. 前記内層が厚さ t_i を有し、前記膨張性粒子が初期泡沸温度 T_{int} を有し、前記汚染防止装置が実質的な間隙の増大を引き起こすモノリスの温度 T_g を有し、前記外層が式：

$$0.8(t_o + t_i) (T_{int} - 25^\circ\text{C}) / (T_g - 25^\circ\text{C}) \leq t_o \leq 1.2(t_o + t_i) (T_{int} - 25^\circ\text{C}) / (T_g - 25^\circ\text{C})$$

の範囲内である厚さ t_o を有する、請求項 18 に記載の汚染防止装置。

24. 前記内層の前記厚さと前記外層の前記厚さの合計が、前記周間隙の 100%より大きく 400%までである請求項 18 に記載の汚染防止装置。

25. 前記取り付けマットが約 100%より小さい第 1 サイクル最大値を有する請求項 18 に記載の汚染防止装置。

26. 前記取り付けマットが約 90%より小さい第 2 サイクル最小値を有する請求項 18 に記載の汚染防止装置。

27. 前記取り付けマットが約 500kPaより小さい最大取り付け圧を有する請求項 18 に記載の汚染防止装置。

28. 前記取り付けマットが約 15kPaより大きい最小取り付け圧を有する請求項 18 に記載の汚染防止装置。

29. 前記粒子が未膨張のパーミキュライトである請求項18に記載の汚染防止装置。

30. 前記ショットを有する無機繊維がシリカ／アルミナ約50％／50％の繊維である請求項18に記載の汚染防止装置。

31. 前記ショットを含まない無機繊維が高アルミナ繊維である請求項18に記載の汚染防止装置。

32. 外周壁を有する金属ハウジングと、
該金属ハウジング内に配置される汚染防止モノリスであって、該外周壁との間の周間隙を規定する汚染防止モノリスと、
該周間隙内に該汚染防止モノリスと該外周壁との間に圧縮されて該汚染防止モノリスを位置決めすると共に、低減された機械衝撃及び熱衝撃で該汚染防止モノリスを担持する取り付けマットであって、該汚染防止モノリスに面した厚さ t_i を有する非膨張性材料の内層と、約20～65乾燥重量パーセントの初期泡沸温度 T_{int} を有する膨張性粒子と、結合剤とを含む該外周壁に面した外層と、を含む取り付けマットとを含み、加熱された場合の実質的な間隙の増大を引き起こすモノリスの温度を T_g とすると該外層が式：
$$0.8(t_o+t_i)(T_{int}-25^{\circ}\text{C})/(T_g-25^{\circ}\text{C}) \leq t_o \leq 1.2(t_o+t_i)(T_{int}-25^{\circ}\text{C})/(T_g-25^{\circ}\text{C})$$

の範囲内である厚さ t_o を有する汚染防止装置。

33. 前記内層及び前記外層が、補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する請求項18または32に記載の汚染防止装置。

34. 外周壁を有する金属ハウジングと、該金属ハウジング内に配置される汚染防止モノリスであって、該外周壁との間の周間隙を規定する汚染防止モノリスと、該周間隙内に該汚染防止モノリスと該外周壁との間に圧縮されて該汚染防止モノリスを位置決めすると共に、低減された機械衝撃及び熱衝撃で該汚染防止モノリスを担持する取り付けマットであって、0乾燥重量%以上30乾燥重量%未満の膨張性粒子と、結合剤とを含む取り付けマットとを含み、該取り付けマットが約100%より小さい第1サイクル最大値を有する

とともに、約90%より小さい第2サイクル最小値を有する汚染防止装置。

35. 前記取り付けマットが更に、約40～98乾燥重量%のショットを有する無機繊維を含む請求項34に記載の汚染防止装置。

36. 前記取り付けマットが約0%の第1サイクル最大値を有する請求項34に記載の汚染防止装置。

37. 外周壁を有する金属ハウジングと、該金属ハウジング内に配置される汚染防止モノリスであって、該外周壁との間の周間隙を規定する汚染防止モノリスと、
該周間隙内に該汚染防止モノリスと該外周壁との間に圧縮されて該汚染防止モノリスを位置決めすると共に、低減された機械衝撃及び熱衝撃で該汚染防止モノリスを担持する取り付けマットであって、0乾燥重量%以上約30乾燥重量%未満の膨張性粒子と、約40～98乾燥重量%のショットを有する無機繊維と、結合剤とを含む取り付けマットとを含み、該膨張性粒子が、該汚染防止モノリスから離隔され且つ該外周壁に面した取り付けマット内に非均一に配される汚染防止装置。

38. (a)吸熱性充填剤を含む非成形性の可撓性非膨張性層と、

(b)補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、膨張性材料を含む非成形性の可撓性膨張性層と、を含む防火仕切り。

39. 前記吸熱性充填剤が、アルミニウム3水和物、リン酸マグネシウム6水和物、水酸化マグネシウム、ホウ酸亜鉛、またはそれらの混合物である請求項38に記載の防火仕切り。

40. 前記膨張性材料が、未膨張のバーミキュライト鉱石、未膨張の処理バーミキュライト鉱石、部分脱水バーミキュライト鉱石、膨張性グラファイト、膨張性ケイ酸ナトリウム、またはそれらの混合物である請求項39に記載の防火仕切り。

41. 前記吸熱性充填剤がアルミニウム3水和物であり、前記膨張性材料が膨張性グラファイトである請求項38に記載の防火仕切り。

42. 補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、

(a)未膨張のバーミキュライト鉱石と吸熱性充填剤とを含む第1の非成形性の可撓性膨張性層と、

(b)未膨張の処理バーミキュライト鉱石、部分脱水バーミキュライト鉱石、膨張性グラファイト、膨張性ケイ酸ナトリウム、またはそれらの混合物である膨張性材料を含む第2の非成形性の可撓性膨張性層と、を含む防火仕切り。

43. 前記吸熱性充填剤がアルミニウム3水和物であり、前記第2の層中の膨張性材料が膨張性グラファイトである請求項42に記載の防火仕切り。

【発明の詳細な説明】

多層膨張性シート

技術分野

この発明は、防火仕切りとして、または触媒コンバーター及びディーゼルパーティキュレイトフィルターまたはトラップ用の取付けマットとして有用な可撓性膨張性シートに関し、特に、異なった膨張性特性を有する少なくとも2つの層を有する可撓性多層膨張性シートを含むこのような装置に関する。

背景技術

汚染防止装置は、大気汚染を防止するために自動車に使用される。このような装置は、触媒コンバーター及びディーゼルパーティキュレイトフィルターまたはトラップを含む。

触媒コンバーターは一般に、前記触媒を担持するセラミックモノリシック構造体を含有する。

前記モノリシック構造体を金属から作製することもできる。ディーゼルパーティキュレイトフィルターまたはトラップは、一般に多孔性の結晶性セラミック材料から作製されたハネカムモノリシック構造体を有する壁流フィルターである。

これらの装置の各々が、セラミックまたは鋼などの金属から作製されたモノリシック構造体を保持する金属ハウジング（一般にステンレス鋼）を有する。

モノリシック構造体は、その上に触媒を有する壁を有する。同触媒は、一酸化炭素及び炭化水素を酸化させ、エンジン排気ガス中の窒素の酸化物を低減させて大気汚染を防止する。

セラミックモノリスはしばしば、それらの肉厚及び平方インチ当たりの開口またはセルの数（cpsi）によって記載される。

1970年代初期では、12ミルの肉厚及び300cpsiのセル密度のモノリスが普通であった（「12/300モノリス」）。

排気ガス法がより厳しくなるにつれて、モノリスの幾何学的な表面積の増大、熱容量の減少、圧力降下の減少のために、肉厚が減少した。標準は6/400モノリスにまで向上した。

それらの薄い壁によって、セラミックモノリシック構造体は壊れやすく、振動または衝撃により損傷及び折損しやすい。

損傷を与える力は、エンジン組み立て中の乱暴な取り扱い、または落下から生じ、エンジン振動または凸凹の路面上の移動から生じることがある。

モノリスはまた、路面吹付けとの接触など、高い熱衝撃による損傷を受けやすい。

前記セラミックモノリスは、それらを含有する金属ハウジングよりほぼ1桁小さい熱膨張率を有する。

例えば、金属ハウジングの外周壁とモノリスとの間の間隙は初めは約4mmであり、エンジンが触媒コンバーターモノリシック要素を25℃から約900℃の最高動作温度に加熱するとき、合計約0.33mm増大させることができる。

同時に、前記金属製ハウジングは、約25℃～約530℃の温度に上昇する。

前記金属製ハウジングがより小さい温度変化を受けても、金属製ハウジングのそれに伴う熱膨張が大きくなるため、ハウジングをモノリシック要素の膨張より速くより大きい外周寸法に膨張させる。

このような熱サイクルは一般に、車両の寿命中、何百回または何千回も起る。

路面衝撃及び振動によるセラミックモノリスに与える損傷を回避するために、熱膨張差を緩和し、排気ガスがモノリスと金属製ハウジングとの間を通り抜ける（それによって触媒を迂回する）のを防ぐために、取り付けマットまたは取り付けペースト材料がセラミックモノリスと金属ハウジングとの間に配置される。

モノリスをハウジング内に置くプロセスはキャニングとも呼ばれ、1枚のマット材料をモノリスの周りに捲回する工程、捲回されたモノリスを前記ハウジング内に挿入する工程、閉じられたハウジングを加圧する工程、及びハウジングの横端縁に沿ってフランジを融着する工程を含む。

ペーストを、おそらく、キャニングプロセスの工程として、モノリスと金属ハウジングとの間の間隙に射出することができる。

一般に、ペーストまたは取り付けシート材料は、無機結合剤、無機繊維、膨張性の材料、有機結合剤、充填剤及び他の補助剤などである。

前記材料は、シート、マット、またはペーストとして用いることができる。

ハウジング内にモノリスを取り付けるために用いられる周知のマット材料、ペースト、及び膨張性シート材料は、例えば、米国特許第3,916,057号(ハッチら)、4,305,992号(ランガーら)、4,385,135号(ランガーら)、5,254,410号(ランガーら)、5,242,871号(橋本ら)、3,001,571号(ハッチ)、5,385,873号(マクネイル)、5,207,989号(マクネイル)及び英国特許第1,522,646号(ウッド)に記述されている。

これらの材料の何れについても、取り付け材料は、長期間の使用にわたり動作温度の全範囲で十分に弾性のままであるのが望ましい。

絶えず排気ガス基準を改善するために、触媒コンバーターをエンジンに近づけることによって、触媒コンバーター中を移動する排気ガスの温度を上昇させることが望ましい。

より高温の触媒コンバーター及びその内部の排気ガスは、排気ガスによる汚染を取り除く反応効率を増大させる。

より高温の触媒コンバーター温度を使用するとき、前記取り付け材料は、苛酷な温度に耐えることができないかもしれない。

更に、取り付け材料の熱伝達特性は、接近して取り付けられたエンジン部品を高温の排気ガス温度から守るためにより重要になる。

コンバーターの表皮温度を低下させることは、エンジン室内の熱損傷及び乗員室中への放射を防ぐのに重要である。

触媒コンバーター運転を向上させるために絶えずセラミックモノリシック構造体の肉厚を減少させることが望ましい。4/400、4/600、4/900、3/600、3/900及び2/900モノリスなど、壁が非常に薄いモノリスが開発され、または遠からず開発されることが期待される。

非常に薄い壁を有するモノリスは更により敏感で、折損しやすい。代表的な膨張性取り付け構造体は、触媒コンバーターの使用中に初期取り付け圧よりも高い圧力にまで増加する圧縮圧を提供する。

触媒コンバーターの使用中の圧縮圧を増加させることはまた、前記モノリスを

振動による損傷または機械的衝撃から十分に保護するための支持マットまたはペーストの能力を低減させる。

これらのいろいろな問題のために、公開された報告によれば、エンジンの近くに取り付けられる非常に薄い壁のモノリスのために膨張性取り付けマットを用いないように勧めている。例えば、ウメハラらの「Design Development of High Temperature Manifold Converter Using Thin Wall Ceramic Substrate」、SAE論文No. 9

71030、123-129ページ、1997年を参照のこと。

前記取り付け材料の露出端縁は、特に取り付け材料が何度も熱サイクルにかけられるとき、脈動高温排気ガスによる浸蝕を受けやすい。

苛酷な条件下で、一定時経過とともに、取り付け材料は浸蝕することがあり、同材料の部分が吹き飛ばされることがある。時間がたつと、取り付け材料の相当な量が吹き飛ばされることがあり、取り付け材料はモノリスに必要とされる保護を提供することができない。

浸蝕問題の解決としては、ステンレス鋼ワイヤースクリーン(例えば、米国特許第5,008,086号を参照のこと)、編組またはローブ状セラミック(すなわち、ガラス、結晶性セラミック、またはガラスセラミック)繊維編組または金属ワイヤー材料(例えば、米国特許第4,156,333号(クローズら))、及びガラス粒子を有する組成物から形成された端縁保護剤(例えば、欧州特許第639701 A1号(ホワースら)、欧州特許第639702 A1号(ホワースら)及び欧州特許第639700 A1号(ストルムら)を参照のこと)を使用するなどがあり、排気ガスによる膨張性マットの端縁を浸蝕から保護する。

これらの解決法は、モノリスのための一次支持体として最新技術の状態の取り付け材料を使用する。

周知の接着多層取り付けマットは一般に、最初に前記の層を別々に形成した後、前記層を接着剤またはフィルムまたは他の手段、例えば、ステッチまたはステープルを用いて互いに接着することによって作製される。

一般に、接着剤によりまたはフィルムにより接着された多層取り付けマットは

、触媒コンバーター内で用いられるとき望ましくな

い煙及び臭気を生じる、より多量の有機材料を含有する。

このような煙及び臭気を防ぐために、取り付けマットは、有機結合剤を焼き取るために据付ける前に予熱されなければならない。

接着剤またはフィルム結合層はまた、マットの耐熱性に影響を及ぼす。

更に、このような取り付けマットは、前記の層を互いに結合するコスト及び用いられる接着剤またはフィルムのコストのために製造により費用がかかる。

機械的に接着または結合された多層の取り付けマットの不便な点としては、付加的な工程及び材料の経費などであり、マットは、ステッチまたはステープルがマットに貫通する場所などの機械的結合の箇所で弱くなることがある。

他の多層取り付けマットは、触媒コンバーターハウジング内に別々に取り付け必要がある分離した層からなる。

膨張性グラファイトまたは膨張性グラファイトと未膨張パーミキュライトとの混合物を含有する単一層マットまたはシートの不便な点は、一般に、シート全体に均一または一様な組成を有するこのような単一シート構造体が、所望の低温膨張のために比較的多量の膨張性グラファイトを必要とし、マットのコストを増大させるということである。

このように、広範囲の動作温度及び多数の熱サイクルにわたってモノリスと金属ハウジングとの間の変化する間隙を緩和するように、十分に弾性があり且つ圧縮可能な取り付け方法に対する需要が存在する。

最新技術の状態の取り付け材料はそれら自体の実用性及び利点を有するが、汚染防止装置に使用するための取り付け材料を改善する需要が依然としてある。

更に、取り付けマットを形成する際の主要な問題の一つは、材料のコストと性能の特質との間のバランスをとることである。できる限り低コストでこのような高品質の取り付け方法を提供することが望ましい。

発明の要旨

本発明は、触媒コンバーター要素またはディーゼルパーティキュレイトフィル

ター用の取り付け材としてまたは防火仕切りとして有用な多層膨張性マットまたはシートを提供する。実施例の一つにおいて、セラミックモノリスに隣接した層が、安価なショット含有無機繊維材料とより高価なショットを含まない無機繊維材料との混合物を含有する。金属ハウジングに隣接した層は、膨張性材料を含有する。本発明の更に別の実施例において、金属ハウジングに隣接した層は十分に薄く、膨張性材料は、膨張性材料がセラミックモノリスと金属ハウジングとの間の間隙が膨張し始めるまで膨張し始めない十分高い泡沸温度を有する。

本発明の利点としては、例えば、前記可撓性多層シートが、接着剤または他の補助結合手段を用いずに作製され、比較的より少ない膨張性材料を用いて特定の温度範囲にわたり、膨張または泡沸するように配合をたてることができ、連続プロセスを用いて作製することができ、2つ以上の別々に結合されたマットよりも取り扱いが容易で据え付けにより少ない労力を必要とし、接着剤が必要とされないため、接着剤により結合または貼り合わせたシートより少ない有機材料を必要とする。

前述の概要及び以下の詳細な説明との両方が例を示して説明するのに役立ち、クレームに記載した本発明を更に説明するものであると理解されよう。本発明の特徴及び利点が、以下の記載及び例に更

に示され、明白となろう。

図面の簡単な説明

図1は、本発明の実施例に取り入れられた、分解図で示した触媒コンバーターの斜視図である。

図2は、本発明の実施例に取り入れられた、ディーゼルパーティキュレイトフィルターの長さ方向の中央断面図である。

図3は、表2の実条件造作試験の間隙変化対加熱/時間間隔のプロットである。

図4は、表2の実条件造作試験の温度対径方向位置対加熱/時間間隔のグラフである。

図5は、先行技術の膨張性取り付けマットの実条件造作試験の結果である。

図 6 は、実施例 10 の取り付けマットの実条件造作試験の結果である。
図 7 は、実施例 11 の取り付けマットの実条件造作試験の結果である。
図 8 は、実施例 12 の取り付けマットの実条件造作試験の結果である。
図 9 は、実施例 13 の取り付けマットの実条件造作試験の結果である。
図 10 は、実施例 14 の取り付けマットの実条件造作試験の結果である。
図 11 は、実施例 13 の泡沸温度範囲と重なった図 4 の温度対径方向位置対時間のグラフである。
図 12 は、他の比較例の実条件造作試験結果である。
上に示した図面は所望の実施例を明らかにするが、本発明の他の

実施例もまた考えられ、そのいくつかは考察において指摘される。例外なく、この開示内容は図示によって、本発明の具体的に説明した実施例を提示するが、制限条件ではない。多数の他の小さな改良及び実施例を、この発明の原理の範囲及び精神から逸れることなく当業者は考案することができる。

発明の詳細な説明

一般的にみて、本発明の可撓性多層シートは実質的に無機系であり、層の少なくとも 1 つが膨張性材料を含む少なくとも 2 つの非成形性の可撓性層を含む。前記 2 つの層は望ましくは、単一湿式(wet laid)シートにおいて一つの層を他の層の上面に同時形成するなど、補助結合手段を用いることなく単一の弾性シートを形成する。

本発明の膨張性シートの特有の特徴の 1 つは、シートは、全体として特に横断面において、非均質組成を有するという点である。この特徴は、各隣接した層が、均一だが異なった組成物を有する少なくとも 2 つの隣接した層から単一シートを形成することに起因する。所望のシートは、セラミック繊維を含有する非膨張性層、未膨張パーミキュライト、未膨張の処理パーミキュライトの何れか、または両方の混合物を含有する膨張性層を含む。他の実施例においては、第 1 の膨張性層が膨張性グラファイトを含有し、第 2 の膨張性層が未膨張パーミキュライト、未膨張処理パーミキュライトの何れか、または両方の混合物を含有する。別の実施例において、第 1 の膨張性層が膨張性グラファイトと未膨張パーミキュラ

イトとの混合物を含有し、第2の膨張性層が未膨張パーミキュライト、未膨張の処理パーミキュライトの何れか、または両方の混合物を含有する。

実施例の一つにおいて、本発明の多層膨張性シートは、補助結合手段を用いることなく単一のシートを形成する、少なくとも一つの

非成形性の可撓性非膨張性層と、膨張性材料を含む少なくとも一つの非成形性の可撓性膨張性層と、を含む。別の実施例において、本発明の多層膨張性シートは、補助結合手段を用いることなく単一のシートを形成する、少なくとも(a)第1の膨張性材料を含む第1の非成形性の膨張性層と、(b)第2の膨張性材料を含む第2の非成形性の膨張性層とを提供し、第1及び第2の膨張性材料は異なっている。

別の実施例において、本発明は、本発明の多層シートを用いる触媒コンバーターまたはディーゼルパーティキュレイトフィルターまたは汚染防止装置を提供する。本発明の汚染防止装置は、ハウジングと、モノリシック構造体または要素と、補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、(a)少なくとも1つの非成形性の可撓性非膨張性層と、(b)膨張性材料を含む少なくとも1つの非成形性の可撓性膨張性層とを含む、前記構造体を所定の位置に保持するように前記構造体と前記ハウジングとの間に配置された多層膨張性シートとを含む。更に別の実施例において、本発明は、ハウジングと、モノリシック構造体または要素と、補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、(a)第1の膨張性材料を含む第1の非成形性の可撓性非膨張性層と、(b)第2の膨張性材料を含む第2の非成形性の可撓性膨張性層とを含む、前記構造体を所定の位置に保持するように前記構造体と前記ハウジングとの間に配置された多層膨張性シートとを含む。

別の実施例において、本発明は、補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、少なくとも(a)吸熱性充填剤を含む非成形性の可撓性非膨張性層と、(b)膨張性材料を含む非成形性の可撓性膨張性層とを含む防火仕切りとして有用な可撓性多層膨張性シートを含む。

別の実施例において、本発明は、(a)無機材料を含む第1のスラリー及び第

2のスラリーであって、そのスラリーの少なくとも一つが膨張性材料を含有する第1のスラリー及び第2のスラリーを提供する工程と、(b)前記第1のスラリーを透過性の基材上に付着させる工程と、(c)前記第1のスラリーを部分脱水して第1の層を形成する工程と、(d)前記第2のスラリーを前記第1の層上に付着させる工程と、(e)前記第2のスラリーを部分脱水して第2の層を形成する工程とを含み、前記層が補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、多層膨張性シートを作製するための連続方法を提供するものである。

概して、本発明の多層シートの均一な層の各々が、全多層シートの0.3～99.7乾燥重量パーセントを占めることができる。望ましくは、前記層の各々が前記シートの1.5～98.5乾燥重量パーセント、より望ましくは8～92乾燥重量パーセント、さらにより望ましくは15～85乾燥重量パーセントを占める。実施例の一つにおいて、内層は前記シートの少なくとも50乾燥重量パーセント、より望ましくは前記シートの約60～85乾燥重量パーセントを占める。乾燥重量パーセントを個々のスラリー組成物から計算することができる。

本発明のシートは、例えば、触媒コンバーター及びディーゼルパーティキュレイトフィルターの取り付け用に、及び建造物内の防火シートまたは防火仕切として有用である。もちろん、層の各々の組成、厚さ、及び幅は、何れの考えられる最終用途にも合うようにいろいろであってもよい。

概して、本発明の多層膨張性シートは、厚さが少なくとも0.1mm、望ましくは少なくとも0.5mm、より望ましくは少なくとも1mmである。汚染防止装置に使用するための本発明の多層膨張

性シートの代表的な層厚は、約2～約11mmの範囲である。

汚染防止装置で使用中に加熱される前に、本発明の膨張性シートは可撓性及び弾性であり、破断したり望ましくない割れを生じることなく取り扱い及び屈曲可能であり、モノリスの周りに捲回されることができる。

本発明の多層シートはまた、補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する3つ以上の非成形性の可撓性層において、その少なくとも一つが膨張性材料を含む層を含むシートも考えられる。

用いた語句「補助結合手段を用いることなく」は、樹脂、接着剤、粘着テープ、ステッチ、ステーブル、及び他の外部的に用いた接着手段を意味する。

用いた用語「層」は、均一な組成物を有する希釈スラリーを先ず沈積させ、次に少なくとも部分脱水することによって別々に形成される均一な組成物を有する材料の厚さを意味する。本発明の多層シートの層の各々が同じまたは異なった厚さ及び層厚を有してもよい。

用いた用語「非成形性の層」は、抄紙技術を用いる湿式で塗られる固形分10パーセント以下を含有する材料の組成物から作製される層を意味する。

用いた用語「膨張性材料」は、十分な量の熱エネルギーに暴露したときに、膨張、発泡、または膨潤する材料を意味する。

用いた用語「膨張性層」は、膨張性材料を含有するシートの層を意味する。

用いた用語「非膨張性層」は、膨張性材料を含有しないシートの層を意味する。

本発明の非成形性の可撓性膨張性層は、可撓性且つ弾性のシートになるように湿式で塗ることができる材料の組成物を含む。概して、本発明の非成形性の可撓性膨張性層は、前記層の約5〜約85乾燥

重量パーセントの膨張性材料と、20乾燥重量パーセント未満の有機結合剤とを含む。

前記非成形性の可撓性膨張性層は、望ましくは、約5〜約85乾燥重量パーセントの膨張性材料と、約0.5〜約15乾燥重量パーセントの有機結合剤と、約10〜約65乾燥重量パーセントの無機繊維とを含み、より望ましくは、約5〜約70乾燥重量パーセントの膨張性材料と、約0.5〜約9乾燥重量パーセントの有機結合剤と、約30〜約45乾燥重量パーセントの無機繊維とを含む。本発明の非成形性の可撓性膨張性層はまた、一つ以上の無機充填剤、無機結合剤、有機繊維、及びそれらの混合物を含有することができる。

別の非成形性の可撓性膨張性層は、望ましくは、約20乾燥重量パーセント〜約65乾燥重量パーセントの未膨張バーミキュライトフレークまたは鉱石と、約10乾燥重量パーセント〜約65乾燥重量パーセントの無機繊維と、約0.5乾

乾燥重量パーセント～約２０乾燥重量パーセントの有機結合剤と、４０乾燥重量パーセントまでの無機充填剤とを含む。

別の非成形性の可撓性膨張性層は、望ましくは、約２０乾燥重量パーセント～約９０乾燥重量パーセントの膨張性グラファイトと、約１０乾燥重量パーセント～約６５パーセントの無機繊維と、約０．５乾燥重量パーセント～約２０乾燥重量パーセントの有機結合剤と、４０乾燥重量パーセントまでの無機充填剤とを含む。

別の非成形性の可撓性膨張性層は、望ましくは、約２０乾燥重量パーセント～約９０乾燥重量パーセントの膨張性ケイ酸ナトリウムと、約１０乾燥重量パーセント～約６５パーセントの無機繊維と、約０．５乾燥重量パーセント～約２０乾燥重量パーセントの有機結合剤と、４０乾燥重量パーセントまでの無機充填剤とを含む。

別の非成形性の可撓性膨張性層は、望ましくは、膨張性グラファ

イトと処理または未処理の何れかの未膨張パーミキュライトとの混合物、約２０乾燥重量パーセント～約９０乾燥重量パーセント（前記膨張性グラファイトが前記膨張性混合物の約５～約９５乾燥重量パーセントであり、前記未膨張パーミキュライトが前記膨張性混合物の約５～約５乾燥重量パーセントである）と、約１０乾燥重量パーセント～約５０乾燥重量パーセントの無機繊維と、約０．５乾燥重量パーセント～約２０乾燥重量パーセントの有機結合剤と、４０乾燥重量パーセントまでの無機充填剤とを含む。

膨張性材料の選択は、所望の最終用途によって変化することができる。例えば、より高い温度については、すなわち、約５００℃より高い温度では、未膨張パーミキュライト材料が約３００℃～約３４０℃の温度範囲で膨張し始めて膨張する金属ハウジングと触媒コンバーター中のモノリスとの間の膨張する間隙を塞ぐので、それらは好適である。より低い温度での使用については、すなわち、ディーゼルのモノリスまたはパーティキュレイトフィルター中など、約５００℃より低い温度では、膨張性グラファイトが約２１０℃の温度で膨張または泡沸し始めるので、膨張性グラファイトまたは膨張性グラファイトと未膨張パーミキュライ

ト材料との混合物が望ましい。処理バーミキュライトもまた有用であり、約290℃の温度で膨張する。

有用な膨張性材料は、未膨張バーミキュライト鉱石、処理された未膨張バーミキュライト鉱石、部分脱水バーミキュライト鉱石、膨張性グラファイト、膨張性グラファイトと処理または未処理の未膨張バーミキュライト鉱石との混合物、加工した膨張性ケイ酸ナトリウム、例えば、ミネソタ州、セントポールのミネソタマイニングアンドマニュファクチュアリングカンパニー製のEXPANTROL™不溶性ケイ酸ナトリウム、及びそれらの混合物を含むがそれらに制限され

ない。本発明の用途のために、然るべく、膨張性材料の上述の例の各々は異なっていて互いに区別できると考えられる。所望の膨張性材料は、未膨張バーミキュライト鉱石、処理された未膨張バーミキュライト鉱石、膨張性グラファイト、及びそれらの混合物などである。望ましい市販の膨張性グラファイト材料の例は、オハイオ州、クリーブランドのUCARカーボン社のGRAFOIL™銘柄338-50の膨張性グラファイトフレークである。

処理された未膨張バーミキュライトフレークまたは鉱石は、従来技術で周知の、リン酸二水素アンモニウム、硝酸アンモニウム、塩化アンモニウム、塩化カリウム、または他の好適な化合物などのイオン交換塩でイオン交換される等の方法によって処理された未膨張バーミキュライトなどである。

取り付けマットに取り入れられた膨張性材料の量及び種類は、製品のコストに大幅に寄与する。未膨張バーミキュライトなどの未処理の膨張性材料は、処理された膨張性材料よりも概して安価であるが、異なった泡沸温度及び膨張の量及び速度を提供する。一つの実施例において、本発明は望ましくは、膨張性粒子がマット全体の約0乾燥重量%以上約30乾燥重量%未満であるような膨張性材料の低比率により著しい泡沸膨張を生じる。時宜を得た著しい泡沸膨張が、マットの外層にまたは外側に膨張性粒子を非均一に配することによって得られる。

好適な有機結合剤の材料は、ポリマーエマルジョン水溶液、溶液型ポリマー液及びポリマーまたはポリマー樹脂（固形分100パーセント）などである。ポリマーエマルジョン水溶液は、ラテックスの形の有機結合剤ポリマー及びエラスト

マー、例えば、天然ゴムラテックス、スチレン-ブタジエンラテックス、ブタジエン-アクリロニトリルラテックス、エチレン酢酸ビニルラテックス、及びアク

リレート及びメタクリレートのポリマー及びコポリマーのラテックスである。ポリマー及びポリマー樹脂は、天然ゴム、ブタジエンスチレングム、及び他の弾性ポリマー樹脂などである。アクリルラテックス及びポリ酢酸ビニル有機結合剤が望ましい。

望ましい市販の有機結合剤の例は、ペンシルベニア州、フィラデ

ルフィアのローム & ハス製の RHOPLEX®HA-8 (固形分 45.5 重量パーセントの水性アクリルエマルジョン)、ペンシルベニア州、ア

レンタウンのエア・プロダクツ製の AIRFLEX®600BP (固形分 55パーセントのポリ酢酸ビニル水性エマルジョン) などである。

有用な無機繊維は、例えば、ガラス繊維、セラミック繊維、グラファイト繊維またはボロン繊維などの非酸化物の無機繊維、及びそれらの混合物などである。有用なセラミック繊維は、そのホウケイ酸アルミン酸繊維、アルミノケイ酸塩繊維、アルミナ繊維、及びそれらの混合物などである。

望ましいホウケイ酸アルミン酸繊維の例は、ミネソタ州、セントポールのミネソタマイニングアンドマニュファクチュアリングカンパニー製の商品名「NEXTEL」312及び「NEXTEL」440などである。望ましいアルミノケイ酸塩繊維の例は、ニューヨーク州、ナイアガラフォールズのユニフラックスコーポレーション製の商品名「FIBERFRAX」7000M、ジョージア州、オーガスタのサーマルセラミックス製の「CERAFIBER」、及び日本、東京の新日鐵化学製の「SNSCタイプ1260 D1」などである。望ましい市販のアルミナ繊維の例は、英国、ウィドネスチュシアアのICIケミカルズアンドポリマーズ製の多結晶性アルミナ繊維であるSAFFIL™繊維である。

他の好適な無機繊維の例は、石英繊維、例えば、ノースカロライナ州、スレーターのJ.P. スティーブンスインク製の商品名

「ASTROQUARTZ」と、アルミノケイ酸マグネシウムガラス繊維などのガラス繊維

、例えば、オハイオ州、グランヴィルのオーエンズ・コーニンググラスファイバーコーポレーション製の商品名「S2 - GLASS」と、炭化ケイ素繊維、例えば、日本、東京の日本カーボン、またはミシガン州、ミッドランドのダウ・コーニング製の商品名「NICALON」と、マサチューセッツ州、ローウェルのテクストロンスペシャルティマテリアル製の「TYRANNO」と、窒化ケイ素繊維、例えば、ニューヨーク州、ニューヨークのトレンエネルギーインタナショナルコーポレーション製の窒化ケイ素繊維と、ベルギー、

ツヴェレーガンのベッカート製の BEKI - SHIELD®GR 90 / C2 /

4 ステンレス鋼繊維などの小径の金属繊維と、オハイオ州、ガハナのリボンテクノロジーコーポレーション製の商品名「RIBTEC」のマイクロメタル繊維と、それらの混合物などである。有用な市販の炭素（グラファイト）繊維（非膨張性）は、ユタ州、マグナのハーキュリーズアドバンスドマテリアルシステムズ製の商品名「IM7」などである。

本発明の非成形性の可撓性膨張性層はまた、一つ以上の充填剤材料を含有することができる。充填剤材料は、約 90 乾燥重量パーセントまでの量、望ましくは約 60 パーセントまでの量で、より望ましくは 40 パーセントまでの量で可撓性膨張性層中に存在することができる。

好適な充填剤及び非膨張性粒子は、例えば、ガラス粒子、空洞ガラス球、炭酸カルシウムなどの不活性充填剤材料、マイカ、パーライト、膨張バーミキュライト、加工された膨張バーミキュライトプレートリット、剥離バーミキュライトなどの補強及び／または軽重量充填剤材料、アルミニウム 3 水和物、リン酸マグネシウム 6 水和物、ホウ酸亜鉛、及び水酸化マグネシウムなどの吸熱性充填剤材料、

及びそれらの混合物などである。

本発明の非成形性の可撓性膨張性層はまた、前記層の約 90 乾燥重量パーセントまで、望ましくは約 30 乾燥重量パーセントまで、及びより望ましくは約 15 乾燥重量パーセントまでの無機結合剤を含有することができる。有用な無機結合剤は、ベントナイト、及びコロイドシリカなどの粘土材料、及びそれらの混合物

などである。

本発明の非成形性の可撓性膨張性層はまた、有機繊維約90乾燥重量パーセントまで、望ましくは約10乾燥重量パーセントまで、より望ましくは約3乾燥重量パーセントまでを含有することができ

る。有用な有機繊維は、KEYLAR®ポリアミド系繊維などのアラミド繊維、熱結合繊維、例えばHoeschst Celanese HC-106複合繊維、及びレーヨン繊維、ポリオレフィン系繊維、それらの混合物などである。

本発明の非成形性の可撓性膨張性層としての使用に適した組成物を有する膨張性シート材料の他の好適な例は、米国特許第3,916,057号(ハッチラ)、4,305,992号(ランガーラ)、4,385,135号(ランガーラ)、5,254,410号(ランガーラ)、4,865,818号(メリーラ)、5,151,253号(メリーラ)、5,290,522号(ロジャースラ)、5,523,059号(ランガー) (各々、その内容を本願明細書に引用したものとする)に記載された材料などがある。

本発明の多層の可撓性シートはまた、少なくとも一つの非成形性の可撓性非膨張性層を含むことができる。概して、非成形性の可撓性非膨張性層は、無機の繊維、有機結合剤、充填剤材料、有機繊維の少なくとも一つを含有することができ、またはそれらの何れの組合せも含有することができる。有用な非膨張性層は、無機繊維と有機結合剤、有機結合剤と有機繊維の組合せを含む。

好適な非成形性の可撓性非膨張性層は、約10乾燥重量パーセント～約99.5乾燥重量パーセントの無機繊維、約0.5乾燥重量パーセント～約20乾燥重量パーセントの有機結合剤、90乾燥重量パーセントまでの充填剤を含む。望ましい可撓性非膨張性層は、約20～約99.5乾燥重量パーセントの無機繊維、約0.5～20乾燥重量パーセントの有機結合剤、60乾燥重量パーセントまでの充填剤を含む。本発明の非成形性の可撓性非膨張性層はまた、一つ以上の有機繊維、無機結合剤、及びそれらの混合物を含有することができる。

本発明の非成形性の可撓性非膨張性層に有用な無機繊維は、上述の無機繊維、及び特に、ニューヨーク州、ナイアガラフォールズのユニフラックスコーボレー

ション製の商品名「FIBERFRAX」7000M、ジョージア州、オーガスタのサーマルセラミックス製の「CERAFIBER」のアルミノケイ酸塩繊維、英国、ウィドネスチュシアーのICIケミカルズアンドポリマーズ製の商品名SAFFILTM繊維の多結晶性アルミナ繊維、コロラド州、デンバーのシュラーインタナショナルカンパニー製のガラス繊維、ジルコニア・シリカ繊維、結晶性アルミナウィスカー、及び微小ガラス繊維などの無機繊維、オーエンズコーニング製の商品名「S-2 GLASS」HTなどの耐熱ガラス繊維、及びそれらの混合物などである。

一般的にいえば、相当な量のショットを含有する無機繊維は、ショットを含まない無機繊維ほど高価ではない。しかしながら、米国特許第4,929,429号（その内容を本願明細書に引用したものとす）に論じられているように、ショットを含まない無機繊維は概して、室温への戻りを含めてあらゆる温度で保持力をより良好に維持するより弾性のマットを提供する。用いられた無機繊維の種類もまた、コストに影響を与える。一般的にいえば、アルミナ／シリ

カ約50%/50%の繊維などのアルミナ／シリカ無機繊維は、比較的高価でない。

実施例の一つにおいて、本発明は、ショットを含まない無機繊維とショットを有する無機繊維との混合物を含む。この混合物は、望ましくは、非膨張性層と膨張性層との両方において用いられる。そのように混合物を用いるとき、前記外層のショットを含まない無機繊維は、前記内層のショットを含まない無機繊維と同じ種類であり、前記外層のショットを有する無機繊維は内層のショット有する無機繊維と同じ種類である。同様に、ショットを含まない無機繊維とショットを有する無機繊維との相対的な比率は、内層と外層の両方について同じである。これは、両方の層全体にばらつきのない熱伝導率及び比熱を生じると考えられる。

前記混合物は、少なくとも約40乾燥重量%のショットを有する無機繊維、最大約98乾燥重量%までのショットを有する無機繊維を含むことができる。前記ショットの含有量は、無機バルク含有量の約10%より多く、より望ましくは約25%より多く、最も望ましくは、50%が繊維、50%がショットのバルクのように、約50%である。無機繊維は、アルミナ／シリカ約50%/50%の繊

維のようなアルミナ／シリカ繊維であってもよい。

前記混合物は、０％より多いショットを含まない無機繊維と、約５０％までのショットを含まない無機繊維とを含むことができる。本発明は、望ましくは、前記層の０乾燥重量％より多く約３０乾燥重量％までのショットを含まない無機繊維を含む。本発明は更により望ましくは、無機繊維含有量の乾燥重量パーセントとして、約２５％のショットを含まない無機繊維と７５％のショットを有する無機繊維との混合物を用いる。本発明は、望ましくは、約９６％のアルミナ繊維など、ショットを含まない無機繊維として高アルミナ繊維

維を用いる。ショットを含まない無機繊維のより多い範囲もまた用いることができるが、本発明は、ショットを含まない無機繊維を少量用いる場合でも、有利な結果を生じる。

本発明の非成形性の可撓性非膨張性層に有用な有機結合剤は、上述の有機結合剤及び特に天然ゴムラテックス、ポリポリ酢酸ビニル、スチレン－ブタジエンラテックス、ブタジエンアクリロニトリルラテックス、アクリレート及びメタクリレートポリマー及びコポリマーのラテックスなどである。

本発明の非成形性の可撓性非膨張性層に有用な充填剤は、上述の充填剤及び特に、膨張パーミキュライト、剥離パーミキュライト、空洞ガラス微小球、パーライトの他、アルミナ３水和物、リン酸マグネシウム６水和物、炭酸カルシウムなど、及びそれらの混合物などである。充填剤材料は、約９０乾燥重量パーセントまでの量、望ましくは約６０パーセントまでの量、より望ましくは４０パーセントまでの量で前記可撓性非膨張性層中に存在してもよい。

本発明の非成形性の可撓性非膨張性層に有用な無機結合剤としては、前記非成形性の可撓性膨張性層について上述した無機結合剤、特に、ペントナイト及び他のクレーなどが挙げられる。無機結合剤は、前記非成形性の可撓性層中に、前記層の約９０乾燥重量パーセントまで、望ましくは約３０乾燥重量パーセントまで、より望ましくは、約１５乾燥重量パーセントまで存在することができる。

本発明の非成形性の可撓性非膨張性層に有用な有機繊維としては、前記非成形性の可撓性膨張性層について上述した有機繊維を挙げることができる。有機繊維

は、本発明の非成形性の可撓性層中に、前記層の約90乾燥重量パーセントまで、望ましくは約10乾燥重量パーセントまで、より望ましくは、3乾燥重量パーセントまでの量で存在してもよい。

本発明の層の何れかに含まれてもよい他の混合剤または加工助剤は、脱泡剤、界面活性剤、分散剤、界面活性剤、湿潤剤、沈殿を促進するための塩、殺真菌剤、及び殺菌剤などである。概して、これらの種類の添加剤は、約5乾燥重量パーセント未満の量で前記層の一つ以上に含まれる。

望ましくは、本発明の多層シートは、所望の材料を含有する少なくとも2つの希釈した（望ましくは、固形分5重量パーセントを超えない）水性スラリーをつくり、前記第1のスラリーを、抄紙機のスクリーンまたは「ワイヤー」などの透過性基材上に付着させ、前記第1のスラリーを重力及び／または真空によって部分脱水して基礎または「下部」層を形成し、前記第2のスラリーを前記部分脱水された下部層に付着させ、前記第2または上部層を部分脱水し、次に加圧して両方の層を、例えば、加圧ロールで高密度化した後、前記シートを加熱ロールで完全に乾燥させて前記完成シートを形成することによって作製される。本発明のシートの層のどれかまたは何れも前記シートの下部層として最初に形成されることができると理解されよう。しかしながら、乾燥時に最も厚い層（内側の非膨張性層など）が、望ましくは最初に形成される層である。

スラリーを部分的に脱水した層上に付着させてから脱水する工程により、両方のスラリーの成分が部分的に混ぜ合わせられる。この混ぜ合わせにより、前記層を永久的に且つ有効に接着し、前記層をきれいに分離することができない一体シートを形成する。層の成分の混ぜ合わせは、実質的に可視的ではなく、または2つの層の間の可視的な境界または勾配層を形成する程度であってもよい。何れの場合でも、前記層は永久的に互いに結合しており、各層がシート全体の一部分である単一シートを形成する。第1の層のスラリーが脱水されているときに第2の層のスラリーを第1の層のスラリー上に

付着させることにより、前記層間の混ぜ合わせが非常によくなされる。第2の層

のスラリーを部分的に脱水された最初に形成された層上に付着させることにより、可視的な混ぜ合わせがほとんどない2つの異なっているが結合された層を提供する。前者は、ワイヤーフォーマの傾斜ワイヤー部表面で真空脱水を用いて、相次いで両方のスラリーを付着させてから部分脱水することによって達成される。後者は、ワイヤーフォーマの前記傾斜部表面に前記下部層を付着及び真空形成し、次にワイヤーフォーマの平面または平坦な部分上に（より下の層を通して）十分な真空によって上部層を付着及び脱水することによって達成される。上部層は、膨張性または他のより高密度の充填剤材料からの望ましくない沈降を防ぐように十分な速度で脱水されるのが望ましい。十分な脱水速度は、「混ぜ合わせ」または「勾配」層の外側に均一な組成物を有する層を提供する。

概して、スラリーを作製するとき、膨張性材料及び（用いるならば）より高密度の充填剤などのより高密度の材料を、付着工程のすぐ前に一定の速度でより小容積の攪拌槽内のスラリーに添加する。前記充填剤及び膨張性材料を含有するスラリーは、これらの粒子が前記個々の層を形成する前に混合タンク内で沈降しないように十分に攪拌される。このようなスラリーは、より高密度の粒子の望ましくない沈降を防ぐためにワイヤー上に付着されたほとんど直後に部分的に脱水されるのがよい。スラリーの真空脱水が望ましい。

部分的に脱水された多層シートが形成された後、前記シートは最終用途製品を形成するために乾燥される。有用な乾燥手段は、圧縮または加圧ローラーを通して前記シート材料を湿潤加圧し、次に、前記シート材料を加熱ローラー中に送り従来技術に周知の強制熱風乾燥することを含む。

本発明の多層シートを、傾斜及び平ワイヤー部と、このような機

械に通常装備されたヘッドボックスの他に第2のヘッドボックスとを有する長網抄紙機を用いて作製することができる。本発明の多層シートはまた、多層シートを作製するように設計された何れかの市販の傾斜ワイヤーフォーマ上に、例えば、ニューヨーク州、ハドソンフォールズのサンディヒルコーポレーション製のDO UMATTM DELTAFORMERTM上に作製することができる。望ましい長網抄紙機は、傾斜スクリーン領域と後続の平または水平スクリーン領域との両方を有し、「第2」

層を下部層上に第2のヘッドボックスから付着させ、次いで真空を用いて脱水させることができる。

更に、本発明の多層シートは更に端縁保護材料を含むことができる。好適な材料は、米国特許第5,008,086号(メリー)(その内容を本願明細書に引用したものとする)に記載されているような端縁の周りに捲回されたステンレス鋼ワイヤースクリーン、及び米国特許第4,156,533号(クローズら)(その内容を本願明細書に引用したものとする)に記載されているような、編組またはロープ状セラミック(すなわち、ガラス、結晶性セラミック、またはガラスセラミック)繊維編組または金属ワイヤー材料などである。端縁保護剤はまた、欧州特許第639701 A1号(ホワースら)、欧州特許第639702 A1号(ホワースら)、及び欧州特許第639700 A1号(ストルームら)、(全てその内容を本願明細書に引用したものとする)。

別の実施例において、本発明は、本発明の多層シートを用いた、汚染防止装置、例えば、触媒コンバーターまたはディーゼルパーティキュレイトフィルターを提供する。図1は、メリーらに対する米国特許第4,865,818号で開示されたものと同様であるが本発明の実施例を取り入れた触媒コンバーターを示す。触媒コンバーター10は、前記コンバーター10内に取り付けられたモノリシック

構造体上に一般に塗被される触媒を含有する。モノリシック構造体20は一般にセラミックであるが、これまでは金属モノリスが用いられている。前記触媒は、一酸化炭素及び炭化水素を酸化させ、自動車排気ガス中の窒素の酸化物を低減させて大気汚染を防止する。

触媒コンバーター10は、内部にモノリシック構造体20を保持する金属ハウジング11を含む。ハウジング11は入口及び出口端部12及び13をそれぞれ有する。

モノリシック構造体20は概して、表面積が大きい非常に薄い壁を有するため、壊れやすく、折損しやすい。モノリシック構造体20はまた、それが含まれる金属(通常、ステンレス鋼)ハウジング11よりはば一桁小さい熱膨張率を有する。衝撃及び振動によるモノリス20への損傷を回避し、熱膨張差を緩和させ、

排気ガスがモノリス20と金属ハウジング11との間を通過するのを防ぐために、本発明による膨張性シート材料はモノリシック構造体20と金属ハウジング11との間に配置される。シート材料30は、第1の端部31と第2の端部32とを有することができる。

カンまたケーシングとも称されるハウジング11をこのような用途に従来技術に周知の好適な材料から作製することができ、一般に金属から作製する。望ましくは、ハウジング11はステンレス鋼から作製される。

モノリスとも称される好適な触媒コンバーター要素20は、従来技術に周知であり、金属またはセラミックから作製される触媒コンバーター要素を含む。モノリスまたは要素20を用いて、コンバーター10のための触媒材料を支持する。有用な触媒コンバーター要素は、例えば、米国再発行特許第27,747号（ジョンソン）（その内容本願明細書に引用したものとする）に開示されている。セラミック触媒コンバーター要素は、例えば、ニューヨーク州、コーニ

ングのコーニングインク、及び日本、名古屋のNGKインシュレータリミテッド製の市販品である。例えば、ハネカムセラミック触媒保持体は、コーニングインク製の商品名「CELCOR」、NGKインシュレータリミテッド製の商品名「HONEYCERAM」である。金属触媒コンバーター要素は、ドイツのゲーエムペーハーアンドカンパニー製の市販品である。

本発明のモノリス20は特に、非常に薄い壁で囲われたセラミック要素であってもよい。この用途において、「非常に薄い壁で囲われた」モノリスは、6ミル未満（0.15mm未満）の壁厚を有するモノリスである。非常に薄い壁のモノリス20は、さらにより望ましくは、壁厚が4ミル以下（0.10mm以下）、例えば4/400、4/600、4/900、3/600、3/900または2/900モノリスなどのモノリスであってもよい。

触媒のモノリスに関する更に詳細な説明については、例えば、Advanced Ceramic Substrate: Catalytic Performance Improvement by High Geometric Surface Area and Low Heat Capacity』、ウメハラら、論文No. 971029、SAEテクニカルペーパーシリーズ、1997年、『Systems Approach to Packaging Desi

gn for Automotive Calalytic Converters』、ストルームら、論文No. 9 0 0 5 0 0、SAEテクニカルペーパーシリーズ、1 9 9 0年、『Thin Wall Ceramics as Monolithic Catalyst Supports』、ホウィット、論文8 0 0 0 8 2、SAEテクニカルペーパーシリーズ、1 9 8 0年、及び『Flow Effects in Monolithic Honey Comb Automotive Catalytic Converters』、ホウィットら、論文No. 7 4 0 2 4 4、SAEテクニカルペーパーシリーズ、1 9 7 4年を参照のこと。

触媒コンバーター要素上に塗被された触媒材料は、従来技術に周知の触媒材料（例えば、ルテニウム、オスミウム、ロジウム、イリ

ジウム、ニッケル、パラジウム及びプラチナなどの金属、五酸化バナジウム及び二酸化チタンなどの金属酸化物）などである。触媒の塗料に関するより詳細な説明については、例えば、米国特許第3, 4 4 1, 3 8 1号（キースら）を参照のこと。

図2は、フィッシャーらに対する米国特許第5, 1 7 4, 9 6 9号で開示されたものと同様であるが本発明の実施例を取り入れたディーゼルパーティキュレイトフィルターを示す。前記ディーゼルパーティキュレイトフィルターまたはトラップ4 0は、チューブ束を含むハネカムモノリシック構造体を有する壁流フィルターである。触媒は一般に、ディーゼルパーティキュレイトフィルター4 0に取り付けたモノリシック構造体4 2に塗被される。前記触媒は、一酸化炭素及び炭化水素を酸化させ、ディーゼルエンジン排気ガス中の窒素の酸化物を低減させて大気汚染を防止する。

ディーゼルパーティキュレイトフィルター4 0は、その中にモノリシック構造体4 2を保持する金属ハウジング4 4を含む。ハウジング4 4は入口及び出口端部4 6及び4 8をそれぞれ有する。

モノリシック構造体4 2は概して、表面積が大きい非常に薄い壁を有するため、壊れやすく、折損しやすい。モノリシック構造体4 2はまた、それが含まれる金属（通常、ステンレス鋼）ハウジング4 4よりほぼ一桁小さい熱膨張率を有する。衝撃及び振動によるモノリス4 2への損傷を回避し、熱膨張差を緩和させ、排気ガスがモノリス4 2と金属ハウジング4 4との間を通過するのを防ぐために

、本発明による膨張性シート材料はモノリシック構造体42と金属ハウジング44との間に配置される。有用なモノリシック型ディーゼルパーティキュレイトフィルタ要素42は一般に、ハネカム多孔性の結晶性セラミック（例えば、コージライト）材料からなる壁流フィルターである。前記ハネカム構造体の交互のセルは一般に、排気

ガスが一つのセル内に入り、一つのセルの多孔性壁を通して圧入され、別のセルを通して前記構造体を出るように、塞がれる。前記ディーゼルパーティキュレイトフィルタ要素42の大きさは、特定の用途の必要に応じて決まる。有用なディーゼルパーティキュレイトフィルタ要素は、例えば、ニューヨーク州、コーニングのコーニングインク、及び日本、名古屋のNGKインシュレータリミテッド製の市販品である。有用なディーゼルパーティキュレイトフィルタ要素は、『Cellular Ceramic Diesel Particulate Filter』ホウィットら、論文No. 810114、SAEテクニカルペーパーシリーズ、1981年に論じられている。

使用するとき、本発明の多層シート30、50は、触媒コンバーター10またはディーゼルパーティキュレイトフィルター40の何れかと同様に、モノリス20、42とハウジング11、44との間に配置される。これは、モノリス20、42を本発明の多層シート30、50で捲回し、前記捲回されたモノリスをハウジング11、44内に挿入し、前記ハウジング11、44を密封することによって実施されることができる。膨張性多層シート30、50は、ハウジング11、44内の適所にモノリス20、42を保持し、モノリス20、42とハウジング11、44との間の間隙を密封して排気ガスがモノリス20、42を迂回するのを防ぐ。

多層シート30、50はモノリス20、42とハウジング11、44との間で著しく圧縮される。例えば、多層シートの厚さは、周間隙の100%より大きく約400%までである。多層シート30、50の圧縮は、望ましくは約20～500kPaである初期取り付け圧を提供する。前記圧縮はまた、多層シートの取付け密度を約0.3～0.6g/ccの望ましい取付け密度に、より望ましくは約0.4～0.5g/ccの取付けの密度に、最も望ましくは約0.45g

／ccの取付け密度に増大させる。

マット30、50は、補助結合手段を用いることなく単一シートを形成する、(a)非膨張性または膨張性であってもよい少なくとも一つの非成形性の可撓性層と、(b)望ましくは、膨張性材料を含む少なくとも一つの非成形性の可撓性膨張性層とを含む多層シートである。

触媒コンバーター10に使用するのに適した多層シート30の例は、セラミック繊維と有機結合剤とを含む非成形性の可撓性非膨張性層と、未膨張のバーミキュライト、セラミック繊維及び有機結合剤を含む非成形性の可撓性膨張性層とを含む。

ディーゼルパーティキュレイトフィルター40に使用するのに適した多層シート50の例は、セラミック繊維、未膨張バーミキュライト及び有機結合剤を含む第1の非成形性の可撓性膨張性層と、セラミック繊維、膨張性グラファイト及び有機結合剤を含む第2の非成形性の可撓性膨張性層とを含む。

ハウジングとモノリスとの間の多層シートの位置確定は、シートの層の組成物に依存している。例えば、膨張性グラファイトなどの膨張性材料を含有する本発明のシートの膨張性層は、有利にはディーゼルモノリスに隣接して配置される。これは、ディーゼルパーティキュレイトフィルターが約500℃より低い温度に加熱され、膨張性グラファイトが約210℃の温度で膨張し始めるためである。

汚染防止装置の使用、前記取り付けマットは、すべての動作温度において、多数の熱サイクルの間、弾性のままであるのが望ましい。一つの実施例において、本発明は、約500kPaより小さい最大取り付け圧と、約15kPaより大きい最小取り付け圧とを提供する。提供される最小取り付け圧が約20kPaより大きいのが望ましいこともある。別の実施例において、本発明は、初期浸蝕速度が約

0.1g未満／時間、より望ましくは初期浸蝕速度が約0.05g未満／時間、最も望ましくは初期浸蝕速度が約0.01g／時間以下など、浸蝕の程度が小さい。

。

別の実施例において、本発明は、構造体の壁、床及び天井の開口を通して火が広がるのを制限するための防火仕切りとして有用な多層シート材料を提供する。

防火仕切りとして有用な多層膨張性シートの例は、前記層は補助結合手段を用いることなく単一のシートを形成する、未膨張パーミキュライト、有機結合剤及びアルミナ3水和物を含む第1の非成形性の可撓性膨張性層と、膨張性グラファイト、有機結合剤及びアルミニウム3水和物を含む第2の非成形性の可撓性膨張性層とを含む。

防火仕切りとして使用するのに望ましい多層シート材料の例は、前記層は補助結合手段を用いることなく単一のシートを形成する、米国特許第4,600,634号（その内容を本願明細書に引用したものとする）に記載されているようなアルミナ3水和物を含む非成形性の可撓性層と、膨張性材料を含む非成形性の可撓性膨張性層とを含む。

使用時に、防火仕切りとして有用な本発明の多層シートは望ましくは、膨張性材料を含有する層が熱くなる可能性が最も高い側に向くように位置確定されている。

本発明はまた、3つ以上の層を有する膨張性シートにおいて、少なくとも一つの層が膨張性材料を含み、隣接した層が望ましくは、異なった組成物からなる膨張性シートも考察する。

実条件造作試験 (RCFT)

RCFTは、標準的な使用の間、モノリス（金属またはセラミック）を有する（自動車の、またはディーゼルの）触媒コンバーターに、

またはディーゼルパーティキュレイトトラップに見い出される実条件をつくり、それらのつくり出された標準的な使用条件下で取り付け材料によって加えられた圧力を測定する試験である。

独立して制御された、2つの50.8mm×50.8mmの加熱ステンレス鋼プラテンは、それぞれ、金属ハウジング及びモノリスの温度をシミュレートするように異なった温度に加熱される。同時に、プラテン間のスペースまたは間隙は、特定の種類の一般的な触媒コンバーターの温度及び熱膨張率から計算された値だけ増大した。プラテンの温度と間隙を以下の表1及び2に示す。取り付け材料によって加えられた圧力を、ノースカロライナ州、リサーチトライアングルパークのMT

Sシステムズコーポレーション製の伸び計を有するシンテックIDコンピュータ制御ロードフレームによって測定する。

表 1

モノリス の 温 度 (C)	シェルの温度 (C)	間 隙 の 変 化 (cm)
25	25	0.0000
63	30	0.0001
100	35	0.0003
150	40	0.0003
200	55	0.0012
200	120	0.0068
200 (均 熱)	120	0.0068
150	90	0.0046
100	60	0.0024
63	42	0.012
25	25	0.000

上記の表1の条件は、409のステンレス鋼シェルを有する直径12.7cmのセラミックモノリスを利用し、セラミックモノリスを有するディーゼル触媒コンバーターに見い出される条件の代表例である。

表 2

時間間隔	モノリスの 温度 (C)	シェルの 温度 (C)	間隙の変化 (cm)
a	25	25	0.0003
b	100	25	0.0003
c	150	30	0.0003
d	200	35	0.0003
e	250	38	0.0003
f	300	40	0.0003
g	350	45	0.0003
h	400	50	0.0003
i	450	60	0.0003
j	500	70	0.0003
k	550	85	0.0013
l	600	100	0.0025
m	650	125	0.0038
n	700	150	0.0051
o	750	185	0.0076
p	800	220	0.0102
q	850	325	0.0165
r	900	430	0.0229
s	900	480	0.0267
t	900	530	0.0305
u	900 (均熱)	530	0.0305
v	850	502	0.0292
w	800	474	0.0279
x	750	445	0.0254
y	700	416	0.0229
z	650	387	0.0216
aa	600	358	0.0203
bb	550	329	0.0191
cc	500	300	0.0178
dd	450	275	0.0165
ee	400	250	0.0152
ff	350	215	0.0127
gg	300	180	0.0102
hh	250	155	0.0089
ii	200	130	0.0076
jj	150	95	0.0051
kk	100	60	0.0025
ll	50	50	0.0003

上記の表2の条件は、ステンレス鋼シェルを有し初期間隙が4mmのセラミックモノリスを利用し、加熱及び冷却の全サイクル中に自

動車の触媒コンバーターに見いだされる条件の代表例である。例えば、表2の条件は、相当な距離にわたり自動車を運転してエンジンを十分に暖め、エンジンを切り、エンジンを周囲条件に完全に再冷却することを可能にするようなサイクルを利用する。このような熱サイクルは一般に、車両の寿命の間に何百回、何千回

と生じる。

図3及び4は、上記の表2の実条件造作試験のグラフ図である。熱条件が実際の触媒コンバーター内でどのようなものであるかについての詳細な理解が、本発明の取り付けマットが先行技術の取り付けマットよりも改善された結果を如何にもたすか理解するのに有用である。

何れかの特定の時における取り付け材料によって塞がれた間隙とセラミックモノリスの動作温度との間の関係は、複雑な、非線形の現象である。図3に示すように、全熱運転サイクル中の間隙の変化を3つの基礎部分に特性決定することができる。初期低温加熱（すなわち、エンジンの初期運転中、時間／加熱間隔「a」から時間／加熱間隔「j」まで）中に、間隙は変化のない部分60を有する。高温加熱（すなわち、エンジンが定常状態の熱動作条件に近づくとき、時間／加熱間隔「k」から時間／加熱間隔「u」まで）中、前記間隙は高い増大部分62を経る。間隙増大の著しい部分62は、間隙の大きさの相当な増大が観察されるモノリス20の最も低い温度である、温度 T_g から始まる。冷却中（すなわち、エンジンを止めて冷却させた後、時間／加熱間隔「v」から周囲温度まで）、間隙は一定した下落部分64を経る。エンジンが全熱サイクルより少ない時間、駆動させられるか、または、エンジンが完全に冷却する前に再起動される場合、いろいろな部分60、62、64が混ざり合うことがわかる。

間隙変化とセラミックモノリスの温度との間の関係が更に、図4

に対して説明される。選択された時間／加熱間隔に対してのモノリス表面温度及びハウジング表面温度は、触媒コンバーターの実際のエンジン加熱中及び冷却中になされた測定に基づいている。エンジンの加熱／冷却サイクル中の時間の関数としての取り付けマットの温度対径方向位置が、いくつかの仮定に基づいてモデル化される。

モノリシック壁20の位置は、その熱膨張率68（それが線68の傾きを決定する）に従って温度の関数として外向きに移動する。モノリス20の熱膨張率68が比較的低いため、モノリス20の端縁の径方向位置は、25C～900Cのその加熱サイクル中、非常にわずかしかわらない。ハウジング壁11の位置はま

た、温度の関数として、そのより高い熱膨張率70のために非常に大きい傾きで、外向きに移動する。その比較的より大きい体積膨張率70のために、外周壁11の径方向位置は、25℃～530℃のその加熱サイクル中に著しく変化する。

温度差72は、モノリス20と取り付けマット30との間の界面の熱接触抵抗のために少なくとも加熱サイクルの間、存在すると考えられる。同様に、少なくとも加熱サイクルの間、温度差74が、取り付けマット30とハウジング11の外周壁との間の熱接触抵抗のために存在すると考えられる。熱接触抵抗はまた、定常状態（時間／加熱間隔「u」）と冷却（時間／加熱間隔「v」～[II]）中に存在するが、温度差は非常に小さくなると考えられる。接触熱抵抗及び得られた温度差72、74の大きさは周知ではなく、取り付けマット30の材料とセラミックモノリシック20及びハウジング11の材料との間の分子の相互作用に基づいて系から系へと変化する。温度差72、74は、モノリス20からハウジング11までの全体的な温度低下に対してかなり小さいと考えられる。

単純化のために、取り付けマット30全体の温度分布は、線形に

減少するものとしてモデル化される。たいていの触媒コンバーター装置内の熱伝達が半径方向であることが温度分布線のそれぞれに曲率を提供すると考えられるが、曲率の大きさは、マット30の半径がその厚さに比較して非常に小さいため、非常に小さい。更に、熱伝達は一時的であり、それはまた、マット30全体の温度プロファイルの曲率の大きさに影響を与える。図4に示した温度分布は、取り付けマット30の何れの界面も含まない、取り付けマット30中の熱伝導率の一定値に基づいている。上記の仮説は各取り付けマットの特定環境に基づいて変化するが、図4に示した温度分布プロファイルは、本発明の説明のためには十分である。

セラミックモノリス20が初期加熱されるとき、時間に依存する熱勾配が取り付けマット30全体に生じる。25℃（周囲温度）から500℃まで（すなわち、時間間隔「aj」から時間間隔「jl」、 $T_h = 475^\circ\text{C}$ ）のモノリス20の一般的な加熱サイクル中に、ハウジング11が、25℃から70℃まで（ $T_h = 45^\circ\text{C}$ ）、温度が相対的にわずかな大きさ増大するにすぎない。モノリス20からの初期熱の多く

がハウジング11に直接伝えられず、むしろ取り付けマットの比熱の関数として取り付けマット30の温度を増大させるときに吸収される。更に、取り付けマット30を介して熱伝導は瞬間的に起こらず、むしろ取り付けマット30を介する熱伝導率の関数として時間を要する。これらの要因は、モノリス20からハウジング11までの加熱の加熱「遅れ」を生じる。

金属ハウジング11の熱膨張率70は、セラミックモノリス20の熱膨張率の約10倍である。加熱/時間間隔「aj」～「jl」の間、 T_m と T_h との間の差は、熱膨張率68、70における差によって一様に相殺され、間隙は実質的に一定のままである。

高温加熱中、エンジンが定常熱動作条件に近づくとき、熱「遅れ」

が継続または追いついてハウジング11の温度をかなり上げる。550℃から900℃まで（すなわち、時間間隔「k」から時間間隔「u」まで、 $T_m=350℃$ ）モノリス20の加熱中、ハウジング11は、85℃から530℃まで（ $T_h=445℃$ ）、温度を相対的にかなり上昇させる。金属ハウジング11のより高い熱膨張率70が、より大きい温度変化と組み合わせたり、前記間隙はかなり増加する。

冷却中、モノリス20のための熱源はなく、その温度プロファイルは、触媒コンバーター内に蓄積された熱エネルギーを散逸させるために必要な時間に起因する。加熱「遅れ」効果は、取り付けマット30の内側及び外側の両方に同様にみられ、取り付けマット30の全体にわたり温度勾配は、傾きが非常により小さくなる。900℃から50℃まで（すなわち、時間間隔「u」から時間間隔「II」まで、 $T_m=850℃$ ）モノリス20の冷却中、ハウジング11は相応に、530℃から50℃（ $T_h=480℃$ ）に温度が減少する。金属のより高い熱膨張率70はより小さい温度変化を補う以上のことをし、間隙はゆっくりと減少する。

理想的な取り付けマットは、セラミックモノリシック及び外周壁について、達したいろいろな熱温度での間隙の大きさの変化を反映する膨張特性を有する。更に、取り付けマットは、熱サイクル及び何れの圧縮サイクルにも関係なく実質的に一定のままである弾力特性を有する。前記マットの加熱及び熱サイクルは、脆

性の原因となったり、耐浸蝕性を低下させたりするのは望ましくない。コストが低く、他方ですべての間隙の変化において実質的に一定した保持力を維持する取り付けマットを製造することが望ましい。本発明は、膨張性材料の熱膨張特性が間隙の変化に対してより良好に利用されることを可能にする。

厚さ測定

可撓性非成形性のシートの厚さは、シート上に 0.7 psi (4.8 kPa) を加える直径 2 - 1/2 インチ (6.35 センチ) の重りを置き、圧縮された厚さを測定することによって測定される。本明細書に用いられるように、シートまたは層の「厚さ」は、前記シートがセラミックモノリシック 20 と金属ハウジング 11 の外周壁との間に据付け時に実質的により大きい力で圧縮されているけれども、この測定によって求められる。外層の厚さと内層の厚さとの間の比較をマット 30、50 上の何れの周位置においても行なうことができる。

厚さの測定は、未膨張パーミキュライトまたは他の膨張性材料の膨張を起こす第 1 及び後続の熱サイクルの前にも行なわれる。更に説明されるように、圧縮力（したがってまた、マット 30、50 の圧縮解除された厚さ）は、マット 30、50 の圧縮及び加熱履歴に基づいて変化することがある。

冷間浸蝕試験

この試験は、触媒コンバーター内の実際の条件より苛酷な条件下で行われる人工促進試験であり、マット取り付け材料の耐浸蝕性についての比較データを提供する。

測定用試料を 2.54 cm × 2.54 cm の正方形に切り分け、秤量し、取付け密度 0.700 + / - 0.005 g / cm³ を得るようにスペーサを用いて 2 枚の高温インコネル 601 鋼板の間に取り付けた。次に、試験集成装置を 800 °C で 2 時間加熱し、室温に冷却する。次に、冷却試験集成装置を、毎分 20 サイクルでマットの端縁上で前後に振動するエアジェットの前 3.8 mm に置く。試験は、0.2 グラムの材料がなくなるかまたは 24 時間後、どちらか最初に関

た後、中止される。エアジェットは、毎秒 305 メーターの速度でマット上に衝

突する。浸蝕速度は、損失重量を試験の時間で割って求め、グラム／時間（g／hr）で記録する。

例

以下に記載した例は、傾斜ワイヤー部と後続の平らなワイヤー部とを有する抄紙機上で作製された。傾斜ワイヤー部は水平方向から23度の角度に傾けた。第1のヘッドボックスを傾斜ワイヤー部上に取り付けた。第2のヘッドボックスを、第1のヘッドボックスのスラリー池内の傾斜ワイヤー部上または平らなワイヤー部上に取り付けた。ヘッドボックスは、移動ワイヤー上へのスラリーの流れ速度を制御することができるスラリー池領域を提供する。真空供給源またはボックスを、スラリーがワイヤー部に付着したときそれらを脱水するために各ヘッドボックスの下方やや前に置いた。スラリーがワイヤー上に付着する間に比較的濃い充填剤及び膨張性粒子の望ましくない沈降を妨ぐために、スラリーの脱水がワイヤー上へのスラリーの付着と同時に起こるように、真空ボックスを、ヘッドボックスに十分に近接させて置いた。抄紙機を、コンベヤベルトを介して従来の湿潤加圧ロール及び一連の従来の蒸気加熱乾燥ロールに接続し、最後に従来の巻き取りロールに接続した。従来のポンプを用いて、前記スラリーをヘッドボックスの各々にポンプで汲み出し、ポンプ速度を流れ制御装置を用いて制御した。

実施例1～5

セラミック繊維（FIBERFRAX™ 7000M、ニューヨーク州、ナイアガラフォールズのユニフラックスコーポレーション製）100ポンド（45.4kg）を、1分間、モードンスラッシーカ内

の水960ガロン（3,634L）中でスラッシュした。繊維スラッシュを、2000ガロン（7,520L）チェストに移し、更に水140ガロン（526L）で希釈した。固形分45.5パーセントの

ラテックス（RHOPLEX®HA - 8、ペンシルベニア州、フィラデルフィアのローム&ハス製）39ポンド（17.7kg）を、混合しながら添加した。次に、硫酸アルミニウム（固形分50パーセント）11ポンド（5.0kg）を添加してラテックスを凝固させた。このラテックス繊維スラリーは、以下、配合

物「A」と称される。

第2のスラリーは、960ガロン（3,634 L）の水中でセラミック繊維（FIBERFRAX™ 7000M）100ポンド（45.4 kg）をスラッシュして1分間混合することによって調製された。膨張パー

ミキュライト（ZONOLITE® #5、マサチューセッツ州、ケンブリッジのW. R. グレイスカンパニー製）43ポンド（19.5 kg）を前記スラッシュされた繊維に添加し、分散されるまで混合した。

繊維によって膨張したパーミキュライトスラリーを、1500ガロン（5,678 L）チェストにポンプで汲み出し、更に水140

ガロン（526 L）で希釈した。ラテックス（RHOPLEX® HA - 8、固形分45.5パーセント）39ポンド（17.7 kg）を混合しながら添加し、ミョウバン（固形分50パーセント）11ポンド（5.0 kg）を添加してラテックスを凝固させた。このスラリーは、以下、配合物「B」と称される。

配合物A及びBスラリーを別の50ガロン（189 L）混合タンクに計量しながら供給し、以下、「V」と称される20～50メッシュのメッシュサイズを有する未膨張パーミキュライトと、以下、

「G」と称される膨張性グラファイト（GRAFOIL® グレード 338 - 50の膨張性グラファイトフレーク、オハイオ州、クリーブランドのUCARカーボン社製）とを計量し、実質的に一定の濃度を維持す

るのに十分な速度で「A」及び／または「B」スラリー中に混合した。膨張性材料を含有するスラリーは、膨張性材料をスラリー中で懸濁状態に維持するのに十分な速度で回転する三羽根プロペラを用いて連続攪拌された。スラリー及び粒子を可変速度で計量しながら供給し、所望の乾燥重量の組成物及び層厚を有する多層シートを作製するために上部または下部層ヘッドボックスに誘導した。下部層ヘッドボックス内に入ったスラリーを、水平回転混合ロールを用いて連続攪拌を続けた。両方のヘッドボックスを、前述のように、ワイヤーの傾斜部上に取り付けた。ワイヤー速度を約2フィート／分（0.61 m／分）に維持し、所望の層の基本重量及び厚さに達するように、A及びBスラリーを約5ガロン／分（18.9

L/分)の速度でそれぞれのヘッドボックスにポンプで汲み出した。十分な真空をスラリーに適用し、形成され脱水された層を得た。次に、脱水された多層シートをローラーを通して湿潤加圧し、乾燥ローラーを用いて乾燥させ、次に巻き取りスタンド上に捲回して連続ロールを形成した。実施例1～5の全シート厚さ、シート及び層の基本重量、各層のV及びGの乾燥重量パーセントを、以下の表3に示す。

実施例6

セラミック繊維 (FIBERFRAX™ 7000M) 75ポンド (34.1kg) を、90秒間、モードン スラッシュメーカ内の水140ガロン (526L) 中でスラッシュしてから、2000ガロン (7,570L) チェストに移した。セラミック繊維 (FIBERFRAX™ 7000M) を更に75ポンド (34.1kg) を、上述のようにスラッシュし、2000ガロン (7,570L) チェストに添加し、配合されたバッチをすすぎ水250ガロン (946L) で希釈した。次いで、ラテックス (AIRFLEX™ 600BP、固形分55パーセント) 22

ポンド (10kg) と、液体アルミン酸ナトリウム (NALCO™ 2372、イリノイ州、ネーパービルのナルコケミカル製) 3.3ポンド (1.5kg) と、脱泡剤 (FOAMASTER™ III、ニュージャージー州、エジソンのヘンケルカンパニー製) 3.1オンス (0.09リットル) とを混合しながら前記チェストに添加した。2～3分後に、混合物のpHを測定すると5.6であった。次いで、硫酸アルミニウム (固形分50パーセント) 23ポンド (10.4kg) を、同容積の水で希釈し、スラリーを形成するように混合しながらゆっくりと前記チェストに添加した。このスラリーは、以下、配合物「C」と称される。

次に、配合物「C」スラリーの200ガロン (757L) を、1500ガロン (5678L) チェスト内に送り込み、更に200ガロン (757L) の水で希釈した。このスラリー50ガロン (189L) を、チェストから排出させた。得られたスラリーは、以下、配合物「D」と称される。膨張性グラファイト (G) (GRAFOIL™ グレード338-50膨張性グラファイトフレーク) 50ポンド (22.7kg) を、混合しながら、配合物「D」スラリーに添加した。このときに、

赤色染料（GRAPHOTOLTMレッド顔料分散系、ニュージャージー州、イーストハノーバーのサンドズカラーズアンドケミカルズ製）3.4オンス（0.1L）を、基礎素材を含有する2000ガロン（7570L）チェスト内の配合物「C」スラリーに添加した。下部出口から2インチ（5.1センチ）ホースを通してポンプで汲み出すことによってスラリーの再循環及び連続混合を、両方のチェスト内で全ての固形分を懸濁状態にするのに十分な速度に維持した。

次に、配合物「C」スラリーを計量し、所望の基礎ウェブ基礎重量を維持するのに十分な速度で50ガロン（189L）容量の混合タンクに供給した。未膨張パーミキュライト（V）を、シートの下

部層中のパーミキュライトの所望の比率を保つのに十分な速度で混合タンクに添加した。これらの比率は、最初に、パーミキュライトを含まない形成された層の基本重量を測定し、次に、未膨張パーミキュライトを混合タンク中に計量しながら供給する前に配合物「C」スラリーの混合タンクへの流動を調節し、次いで、得られた下部層の所望の基本重量を得るために未膨張パーミキュライトの添加速度を調節することによって得られた。

混合タンクから配合物「C」+Vスラリーを、上述の抄紙機の傾斜ワイヤー部上に取り付けた第1のヘッドボックスに重力によって送り込み、毎分26.4インチ（67.1cm）のワイヤー速度で幅12インチ（30.5cm）の層を形成した。配合物「D」+Gスラリーを、抄紙機の平らなワイヤー部上に取り付けた第2のヘッドボックスに供給した。十分な真空が、配合物「D」+Gスラリーを、前記スラリーを部分脱水して約70重量パーセントの膨張性グラファイトを有する非成形性の可撓性層を形成するように供給する場所に下部層を介して十分な真空を維持した。実施例6を以下の表3に示す。

表 3

実施例	層	配合物 ¹	基本重量 ² (g/m ²)	厚さ ³ (mm)
1	上部 下部	B+10% V A	752 1152 (1904)	(7.0)
2	上部 下部	B+10% V A+54% V	752 2477 (3229)	(7.3)
3	上部 下部	A A+54% V	1108 2477 (3229)	(7.6)
4	上部 下部	A+61% G A+54% V	900 2477 (3377)	(5.3)
5	上部 下部	A+61% G A+54% V	1290 2477 (3767)	(6.7)
6	上部 下部	D+70% G C+37% V	560 2390 (2950)	(6.1)

1. V=未膨張パーミキュライト、G=膨張性グラファイト、(%)=層中の乾燥重量パーセント。

2. 両方の層の全基礎重量を括弧内に示す。

3. 両方の層の全厚さを括弧内に示す。

上記の多層シートは全て、可撓性且つ弾性であり、前記層が層間の境界できれいに分離されることができないように、前記層を互いに接着した。多層シートの例はそれぞれ、破断または望ましくない割れを生じることなく取り扱うことができる。上記の例はまた、このような可撓性且つ弾性である多層シートを、多層が接着剤または他の補助結合手段を用いて互いに接着される工程と比較するときより安価でより効率的である連続工程を用いて作製することができることを示す。

実施例 7

上述の実施例 6 及び下記の比較例 1 を試験し、上述の実条件造作試験 (RCFT) 下で保持力を比較した。RCFT で使用した温度は、ディーゼル触媒コンバーター中でみい出される温度を代表するものである。比較例 1 (C1) は、ミネソタ州、セントポールのミネソタマイニングアンドマニュファクチュアリングカンパニー製の商品名「INTERAM」タイプ 200 の平方メートル当たり 4070 グラム (公称

)の単一層の、未膨張パーミキュライト含有低温膨張性セラミック繊維シートであった。実施例6及びC1のための出発取付け密度は、それぞれ、立方センチメートル当たり0.9及び1.0グラムであった。

実施例6及びC1のためのRCFTの結果を以下の表4に示す。試験の結果は、本発明の多層シートが比較例1のシートよりその温度範囲にわたりより大きな圧力または保持力を提供することを示す。

表 4

モノリス の温度 (C)	シェルの 温度 (C)	間隙 の変化 (cm)	実施例 6 圧力 (kPa)	比較例 1 (C1) 圧力 (kPa)
25	25	0.0000	291.5	215.6
63	30	0.0001	231.2	162.1
100	35	0.0003	228.0	160.9
150	40	0.0003	223.1	152.5
200	55	0.0012	155.8	94.3
200	120	0.0068	101.1	57.8
200 (均熱)	120	0.0068	117.2	47.8
150	90	0.0046	115.5	49.9
100	60	0.0024	130.1	57.9
63	42	0.0012	140.4	65.4
25	25	0.0000	146.2	76.1

実施例 8

上部層の未膨張パーミキュライト及び膨張性グラファイトと、下部層の未膨張パーミキュライトとの混合物を含有するシートを、実施例1～5について上に記載したように作製した。実施例8を以下の表5に示す。

表 5

実施例	層	配合物 ¹	基本重量 ² (g/m ²)	厚さ ³ (mm)
8	上部 下部	A + 33% V + 22% G A + 55% V	526 2733 (3259)	(5.3)

1. 5 = 未膨張パーミキュライト、G = 膨張性グラファイト、(%) = 層中の乾燥重量パーセント。

2. 両方の層の全基礎重量を括弧内に示す。

3. 両方の層の全厚を括弧内に示す。

実施例8の多層膨張性シートは可撓性であり、破断または望ましくない割れを

生じることなく取り扱うことができる。実施例8の多

層シートはまた、層間の境界できれいに分離されることができない。

実施例9

上述の実施例8及び下記の比較例2を試験し、自動車の触媒コンバーターのための上述の温度プロフィールを用いるRCFT下で保持力を比較した。比較例(C2)は、平方メートル当たり3100グラム(公称)の単一層の、未膨張処理パーミキュライト含有膨張性セラミック繊維シートであり、ミネソタ州、セントポールのミネソタマイニングアンドマニュファクチャリングカンパニー製の商品名「INTERAM」タイプ100である。実施例8及びC2のための出発取付け密度は、立方センチメートル当たり1.0グラムであった。

実施例8及びC2のためのRCFTの結果を以下の表6に示す。試験の結果は、実施例8の膨張性多層シートが比較例2の膨張性シートよりその温度範囲にわたりより大きな圧力または保持力を提供し、低温(25~400℃)で圧力低下がより小さいことを示す。

表 6

モノリス の温度 (C)	シェルの 温度 (C)	間隙の変 化 (cm)	実施例 8 圧力 (kPa)	比較例 2 (C2) 圧力 (kPa)
25	25	0.0003	310	183
100	25	0.0003	259	101
150	30	0.0003	251	93
200	35	0.0003	226	80
250	38	0.0003	220	70
300	40	0.0003	246	65
350	45	0.0003	330	80
400	50	0.0003	434	123
450	60	0.0003	370	142
500	70	0.0003	380	184
550	85	0.0013	393	227
600	100	0.0025	448	282
650	125	0.0038	540	357
700	150	0.0051	640	442
750	185	0.0076	713	526
800	220	0.0102	787	626
850	325	0.0165	1021	853
900	430	0.0229	1251	1022
900	480	0.0267	1184	983
900	530	0.0305	1152	959
900 (均熱)	530	0.0305	944	869
850	502	0.0292	914	804
800	474	0.0279	869	800
750	445	0.0254	903	829
700	416	0.0229	940	904
650	387	0.0216	889	808
600	358	0.0203	830	770
550	329	0.0191	788	737
500	300	0.0178	682	635
450	275	0.0165	640	619
400	250	0.0152	529	475
350	215	0.0127	418	432
300	180	0.0102	289	306
250	155	0.0089	162	173
200	130	0.0076	76	96
150	95	0.0051	56	83
100	60	0.0025	68	83
50	50	0.0003	88	108

保持圧力は、初期保持力のパーセント増加として数値的に特性決

定することができる（加熱／時間間隔「f」の）第1サイクル最小値を有する：

$$(183 - 65) / 183 = 64\%$$

保持圧力は、約300～340℃の泡沸温度 T_{int} よりも高い温度への未膨張パーミキュライト材料の第1の加熱に伴い、加熱／時間間隔「f」から加熱／時間間

隔「r」まで相当な増加部分を有する。保持圧力は、初期保持力のパーセント増加として数値的に特性決定することができる（加熱／時間間隔「r」での）第1サイクル最大値を有する：

$$(1022 - 183) / 183 = 458\%$$

この第1サイクル最大値は、第1サイクルの間の膨張性材料の全膨張が加熱／時間間隔「r」（ハウジングが430℃である）で実質的に完了していることを示す。保持圧力は、サイクル後の周囲保持力80まで低下する（すなわち、第1サイクル損失を有する）。第1サイクル損失は約41%である。第1サイクル損失は、マット材料の高い圧縮／加熱履歴の持続する効果に起因する。

比較例2の別のRCFT結果を更に図5に示す。このRCFTは、ミネソタ州、セントポールのミネソタマイニングアンドマニュファクチャリングカンパニー製の異なった「INTERAM」タイプ100マット上で行なわれ、取付けの密度におけるわずかな差のために、表6に示す取り付け圧よりやや高い取付け圧（すなわち、183kPaより高く約300kPa）を提供する。第1サイクル最小値76は約60%であり、第1サイクル最大値78は約305%であり、第1サイクル損失を初期保持力のパーセント減少として数値的に特性決定することができる：

$$(300 - 146) / 300 = 51\%$$

図5はまた、比較例2の取り付けマットの後続の熱／圧縮サイ

クルを示す。保持圧力は、初期保持力のパーセント減少として数値的に特性決定することができる後続サイクル最小値82を有する：

$$(300 - 90) / 300 = 70\%$$

後続サイクル最小値82を用いて、サイクル後の周囲保持力80のパーセント減少として数値的に特性決定された、第2サイクル損失を求めることができる：

$$(145 - 90) / 145 = 38\%$$

理想的な取り付けマットは、第1サイクル最小値76、第1サイクル最大値78、第1サイクル損失、後続サイクル最小値82、及び第2サイクル損失を可能な限りゼロパーセント近くに（すなわち、一定圧力に近く）低減させる。

実施例10～16

約50%の繊維及び50%のショットを含有する50%のシリカ、

50%のアルミナバルク (KAOWOOL®HA Bulk、ジョージア州、オーガスタのサーマルセラミックス製) 14ポンド (6.3kg) と、

実質的にショットを含有しない96%アルミナ繊維 (SAFFIL®LDM、英国、ウィドネスチュシアーのICIケミカルズアンドポリマーズ製) 4.2ポンド (1.9kg) とを65秒間、モードンスラッシュメーカ内の水400ガロン (1514 L) でスラッシュした。前記繊維スラッシュを1500ガロン (5679 L) チェストに移し、更にすすぎ水300ガロン (1136 L) で希釈した。アクリル酸のエチル

酢酸ビニルラテックス結合剤 (固形分55%のAIRFLEX®600BP、ペンシルベニア州、アレントウンのエアプロダクツ製) 6ポンド (2.7kg) を、混合しながら、添加した。抄紙用ミョウバンとして周知の硫酸アルミニウム水溶液 (固形分50パーセント) 6ポンド (2.7kg) を添加してラテックスを凝固させる。消泡剤

(FOAMASTER®III、ニュージャージー州、エジソンのヘンケルコーポレーション製) 2/3オンス (20ミリリットル) と、0.1%

液体ポリアクリルアミド凝集剤 (NALCO®7530、イリノイ州、ネーパービルのナルコケミカルカンパニー製) 7ポンド (3.2kg) も添加した。このラテックス繊維スラリーは、以下、配合物「E」と称される。

配合物「E」スラリーは、スラリーの約80%の一つの部分と、スラリーの約20%の第2の部分と、2つの別の部分に分けられた。メッシュサイズが18～50メッシュである未膨張パーミキュライト (コーメタルズインク製) の量を計量しながら供給し、実質的に一定の濃度を維持する速度で「E」スラリーの20%部分に混入させた。前記膨張性材料を含有する「E」スラリーを連続攪拌し、膨張性材料を前記スラリー中で懸濁状態に保った。

「E」スラリーの80%部分は下部層ヘッドボックスに誘導され、膨張性粒子を含有する「E」スラリーの20%部分は上部層ヘッドボックスに誘導され、所望の乾燥重量組成物を有する多層シートを作製する。ワイヤー速度を約1.7フ

イト／分（0.52m／分）に維持し、前記スラリー部分を約16ガロン／分（61L／分）の全速度でそれぞれのヘッドボックスにポンプで汲み出し、所望の層の基礎重量及び厚さを得た。十分な真空をスラリーに適用し、形成され脱水された層を得た。次に、脱水された多層シートをローラーを通して湿潤加圧し、乾燥ローラーを用いて乾燥させてから、連続ロールを形成するために巻き取りスタンド上に捲回した。実施例10～14の各層及び全体の層中の膨張性粒子の乾燥重量パーセンテージ、全シート厚さ、層及びシートの基本重量を以下の表7に示す。

表 7

実施例	層	膨張性粒子の含有量	基本重量 (g/m ²)	厚さ (mm)
10	上部	0%	265	1.4
	下部	0%	1100	5.8
	全体	0%	1365	7.2
11	上部	31%	384	1.3
	下部	0%	1100	5.6
	全体	8%	1365	6.9
12	上部	45%	480	1.1
	下部	0%	1100	5.5
	全体	13.6%	1580	6.6
13	上部	50%	525	0.9
	下部	0%	1100	5.4
	全体	16%	1625	6.3
14	上部	63%	720	1.1
	下部	0%	1100	5.2
	全体	25%	1820	6.3

実施例10～14のRCFTの結果を図6～10に示す。これらの試料の各々について、RCFTを多数の熱／圧縮サイクルについて行なった。後続サイクルについての試験結果は、各第1サイクルについての試験結果と著しく異なっている。間隙の変化は前の熱／圧縮サイクルに関係なく実質的に一様に起こるが、マットによって加えられる圧力は著しく変化する。すなわち、各マットの前の熱及び圧縮履歴は、後続熱サイクルにおける保持圧力の大きさに著しく影響を与える。

いろいろな相互に関係し合う効果は、各マットの以前の熱及び圧縮履歴によって生み出された相当な変化に寄与すると考えられる。泡沸膨張の大きさは、未膨張パーミキュライトと前に膨張したパーミキュライトとは著しく異なっている

。未膨張パーミキュライトが最初にその泡沸温度 T_{int} に加熱されるときに著しく膨張するが、泡沸膨張特性は後続熱サイクルについては著しく低減される。大き

い圧縮力は、マット中の繊維母材に著しく影響を及ぼすと考えられる。特に高温と組み合わせるとき、マット中の大きな圧縮力は、顕微鏡的繊維損傷、収縮及び／または圧縮硬化を起こすことがあり、大きな取り付け圧力／温度の後に繊維母材に、より弾性を失わせ取り付け力を低下させる。圧縮及び高温サイクルが繊維母材に及ぼす効果はまた、マットの耐浸蝕特性及びマットの熱伝導率を変えることがある。比較例２と比べた実施例１０～１４のそれぞれについて、第１サイクル最小値７６、第１サイクル最大値７８、第１サイクル損失、後続サイクル最小値８２及び第２サイクル損失を以下の表８に記録する。

表 ８

実施例	第 1 サイクル 最小値	第 1 サイクル 最大値	第 1 サイクル損失	後続サイ クル 最小値	第 2 サイ クル損失
CE-2 (図 5)	60%	305%	52%	70%	38%
10 (図 6)	98%	0%	50%	99%	99%
11 (図 7)	67%	0%	48%	91%	84%
12 (図 8)	62%	2%	52%	81%	63%
13 (図 9)	63%	2%	54%	75%	45%
14 (図 10)	87%	69%	68%	78%	32%

理想的な取り付けマットは、第１サイクル最小値７６、第１サイクル最大値７８、第１サイクル損失、後続サイクル最小値８２、及び第２サイクル損失を可能な限りゼロパーセント近くに(すなわち、一定圧力に近く)低減させる。膨張性材料も含む比較例２と対比すると、本発明は望ましくは、第１サイクル最大値７８を約１００％より小さい値に、より望ましくは約５０％より小さい値に、更により望ましくは約１０％より小さい値に低減させる。同じ繊維混合物

を含有するが膨張性層を含まない実施例１０と対比すると、本発明は望ましくは第１サイクル最小値７６を約９０％より小さい値に、更により望ましくは約７５％より小さい値に低減させる。実施例１０と対比すると、本発明は望ましくは後続サイクル最小値８２を約９５％より小さい値に、より望ましくは約９０％以下

の値に、より望ましくは約75%以下の値に低減させる。同様に実施例10と対比すると、本発明は望ましくは第2サイクル損失を約95%より小さい値に、より望ましくは約85%より小さい値に、更により望ましくは約45%以下の値に低減させる。これらのすぐれた結果が、少量の膨張性材料及び少量のショットを含まない高アルミナ繊維だけなど、最小の材料費で得られる。

本発明のすぐれた結果を図11に対して更に説明することができる。図11は、図3の温度-径方向位置-時間/加熱間隔グラフに重ねられた実施例13の「泡沸領域」84を含む。「泡沸領域」84は、マット30の膨張性材料の泡沸温度によって及び膨張性材料の径方向位置によって規定される。実施例13の膨張性材料は、約300~340℃の泡沸温度 T_{int} を有する未膨張パーミキュライトである。他の膨張性材料は異なった泡沸温度を有し、より狭いまたはより広い泡沸温度で泡沸することができる。実施例13の膨張性材料は、(マット30がモノリス20とハウジング11との間で圧縮された後) マット30の厚さの外側の約15~40%に配されるだけである。

本発明のマット全体の熱の伝達はかなり連続的なままであると考えられる。すなわち、マットが同時形成されるため、また、多分、マットがマット全体に同じ無機繊維混合物を有するため、マットの2つの層の間に熱接触抵抗(すなわち、温度の不連続点)を残さずに熱をマット中に伝達する。したがって、マット中の線形温度分布

の仮説は、依然としてかなり正確である。

泡沸領域84に達する第1の温度線は加熱/時間間隔「j」の後に、ほぼ加熱/時間間隔「1」において存在する。これは、前記間隙の大きな増加部62の始めと一致する。温度線が泡沸領域を通過するとき(すなわち、ほぼ加熱/時間間隔「q」まで)、膨張性材料が膨張する。膨張性材料の膨張は、ちょうど前記間隙が最も増大しているとき、RCFT曲線(図9)のこの重要な段階の間に取り付け圧力を増大させる。

マット中に用いて適切に配した膨張性材料の比率が小さい場合、マットの限られた膨張が起るにすぎず、第1サイクル最大値78が非常に低い。高温での高圧

縮力による繊維母材の弾性の低減が最小に抑えられる。したがって、後続サイクルが、繊維母材によって提供された最大弾力性及び保持力を維持する。

本発明の最も望ましい利点を得るために、外層の厚さ t_o と内層の厚さ t_i との比は、前記間隙が高増加部 62 に達するまで温度曲線が泡沸領域 84 に達しないのが好ましい。モノリス温度 500℃（周囲温度より 475℃高い）で間隙が非常に増大する場合、これは、次のように数学的に表すことができる：

$$t_o \leq (t_o + t_i) (T_{int} - 25^\circ\text{C}) / 475^\circ\text{C}$$

熱伝達の一時的効果、前記系の径方向性質、及び 2 つの層間の熱伝導率の何れの差も前記取り付けマット中の熱勾配の線形性に影響を及ぼすと考えるならば、泡沸領域 84 の縁部は、本発明の利点を実質的に保持したまま約 10～20% の範囲内で変化することができる。大きな間隙増加部 62 を開始するモノリスの温度 T_g はまた、間隙の大きさまたは熱伝導率が著しく変わるなら、500℃と異なっていることがある。すなわち、：

$$0.8(t_o + t_i) (T_{int} - 25^\circ\text{C}) / (T_g - 25^\circ\text{C}) \leq t_o \leq 1.2(t_o + t_i) (T_{int} - 25^\circ\text{C}) / (T_g - 25^\circ\text{C})$$

図 12 は、実施例 10 と同様であるがショットを含まない高アルミナ無機繊維を含有しない単一層の非膨張性マットの単一サイクル RCFT を示す。代わりに、無機繊維材料は全て、約 50% の繊維と約 50% のショットとを含有する約 50% アルミナ 50% シリカバルクによって提供された。図 6～10 に示す実施例 10～14 と比較するとわかるように、このマットは、第 1 サイクル最小値 100%、第 1 サイクル損失 68%、次サイクル最小値 100% 及び第 2 サイクル損失 100% など、好ましくない結果を生じる。実施例 10～14 の各々のショットを含まない無機繊維とショットを含む無機繊維とを組合せると、より良好な結果を生じる。

冷間浸蝕試験を実施例 10、11 及び 2 つの付加的な実施例 15 及び 16 について行なわれた。冷間浸蝕試験のパラメータ及び結果は、以下の表 9 に示す。

表 9

実施例	全膨張性粒子含有量	マット密度 (g/cc)	取り付け密度 (g/cc)	浸蝕速度 (g/hour)
10	0%	.175	0.4	0.001
11	8%	.205	0.4	0.001
15	27%	.239	0.4	0.011
16	29%	.276	0.4	0.076

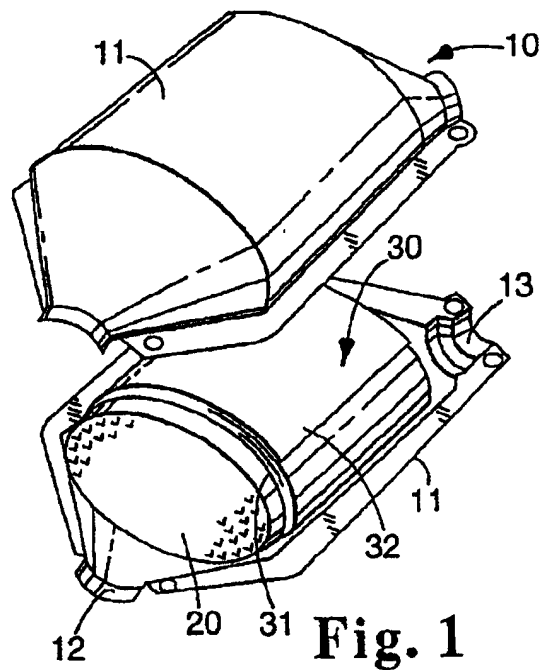
このデータが示すように、本発明は、外層中のパーミキュライト粒子含有量があまり多くない場合、約0.1 g未満/時間、より望ましくは約0.01 g以下/時間、最も望ましくは約0.001 g以下/時間など、すぐれた浸蝕速度の結果を生じる。浸蝕速度は、取付けの密度に対して著しく変化し、より高い取付けの密度を高パーミキュライト含有量のマットまたは高パーミキュライト含有量の層

を有するマットのために用いることができる。

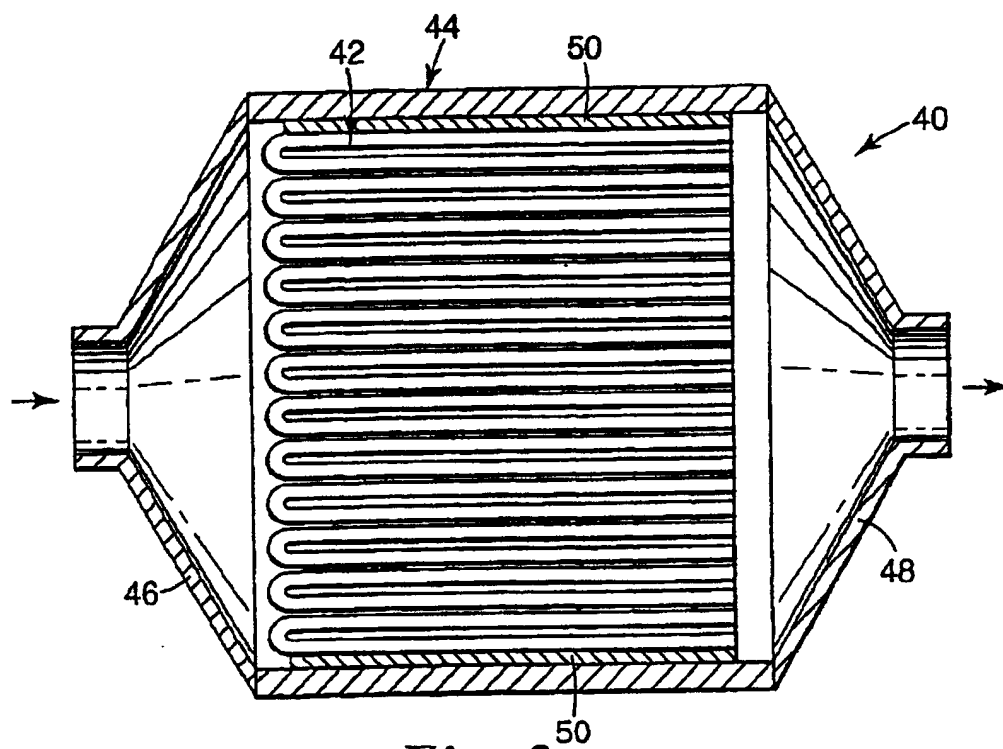
同等物

いろいろな改良及び変更を本発明の精神または範囲から外れることなく本発明の物品及び方法に行ない得ることは、当業者には明白であろう。例えば、本明細書に論じたいろいろな層の各々の層厚は、層全体にわたり実質的に一定である。側端縁がより厚くマットの中心とは異なった熱特性を提供するような、領域により均一な構造を有しないマットは、本発明内で作製されることができるとみなされる。この発明は、本明細書に示した具体的な実施例及び例によって不当に制限されるものではなく、このような例及び実施例は、以下に示すクレームによってのみ制限される本発明の範囲内の例によって与えられると理解されるべきである。

【图1】



【图2】



【図3】

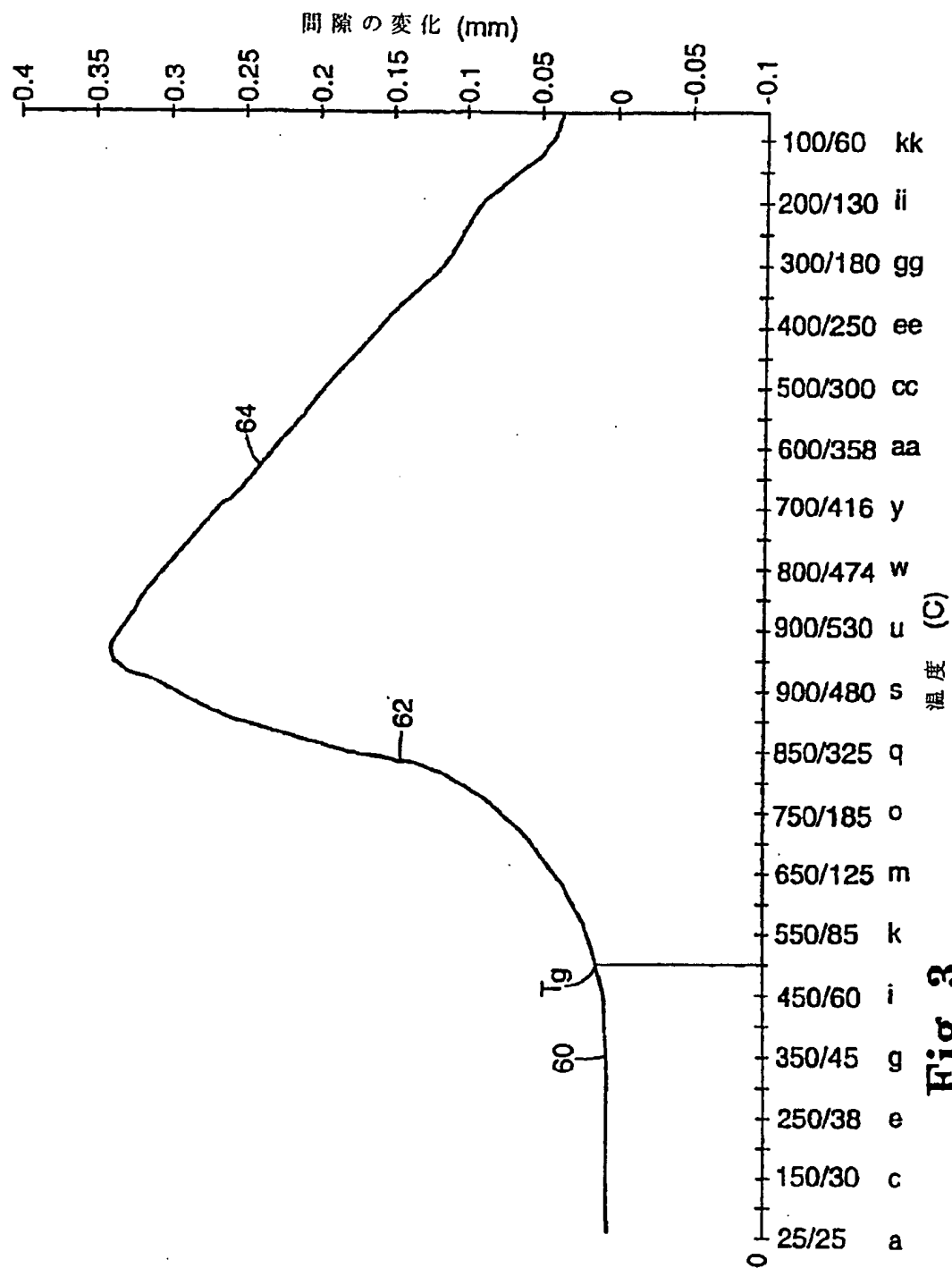


Fig. 3

【图4】

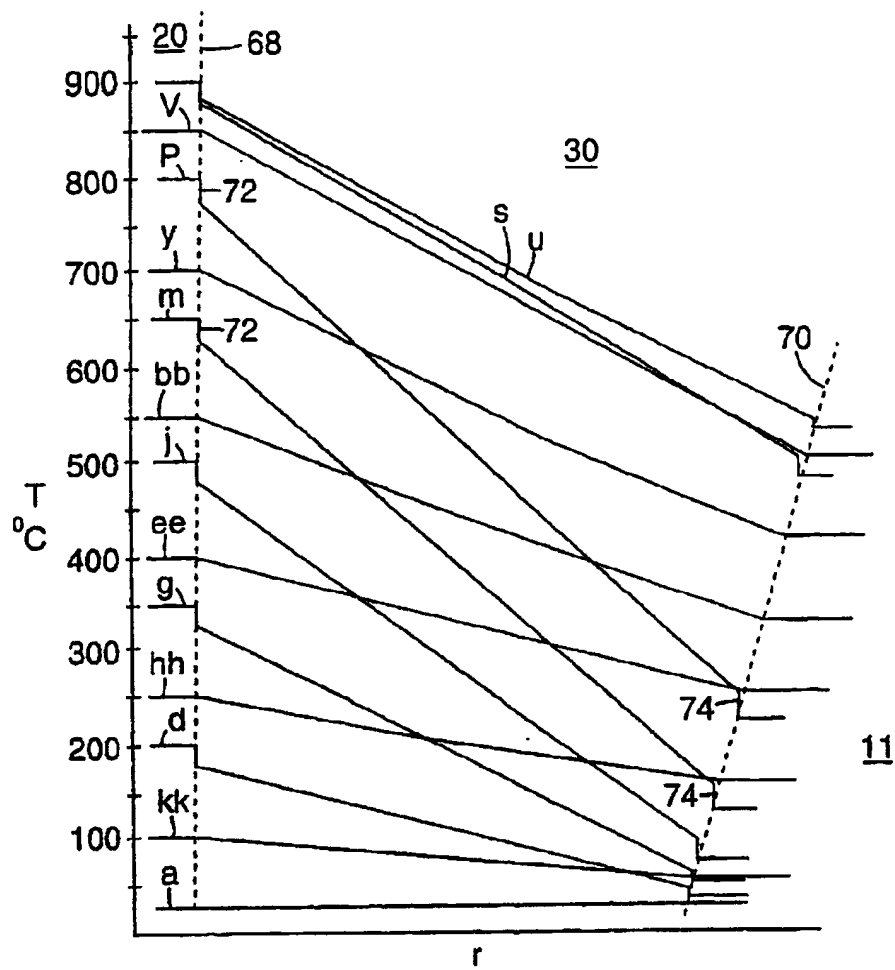


Fig. 4

【図5】

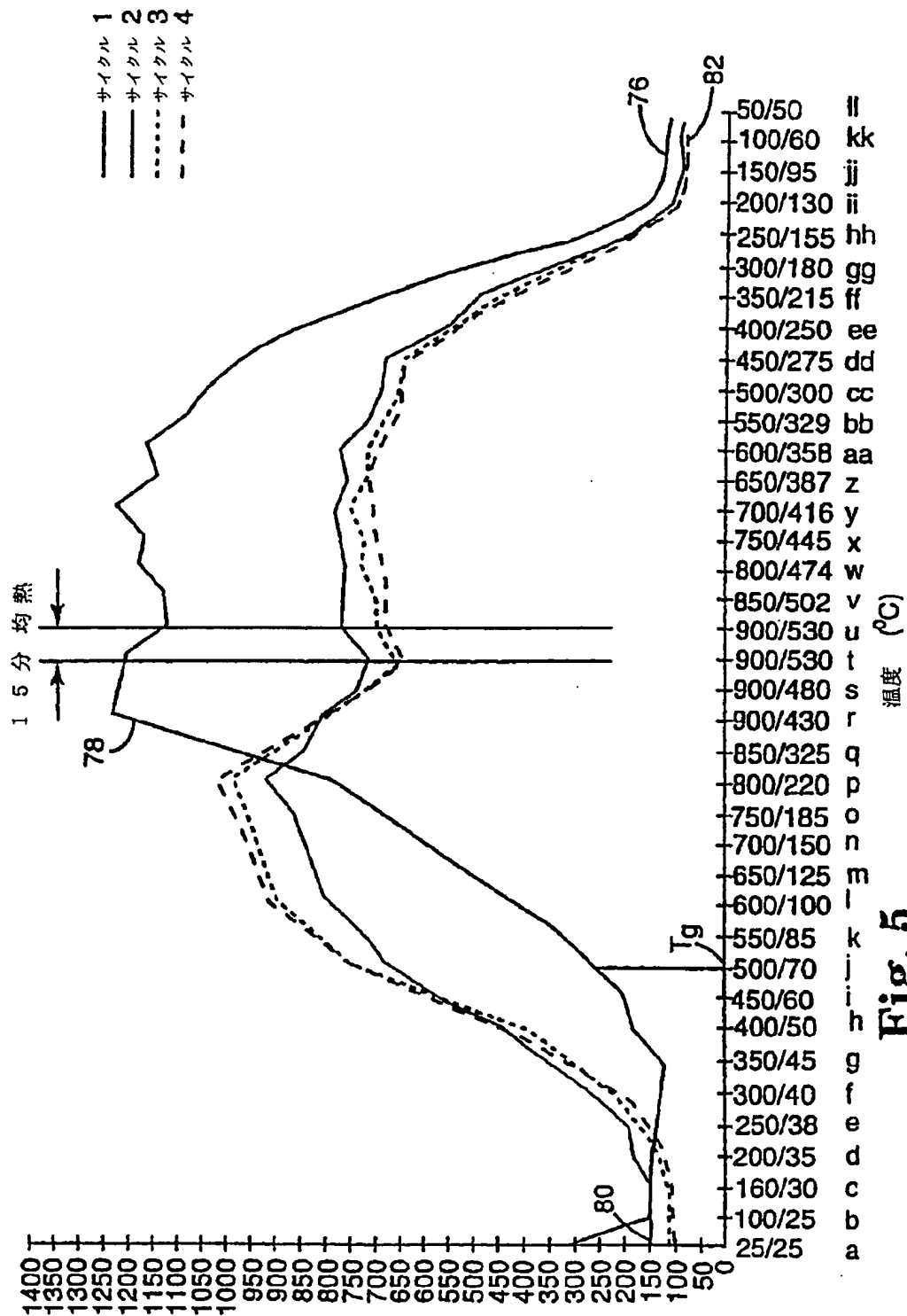


Fig. 5
PRIOR ART

【図6】

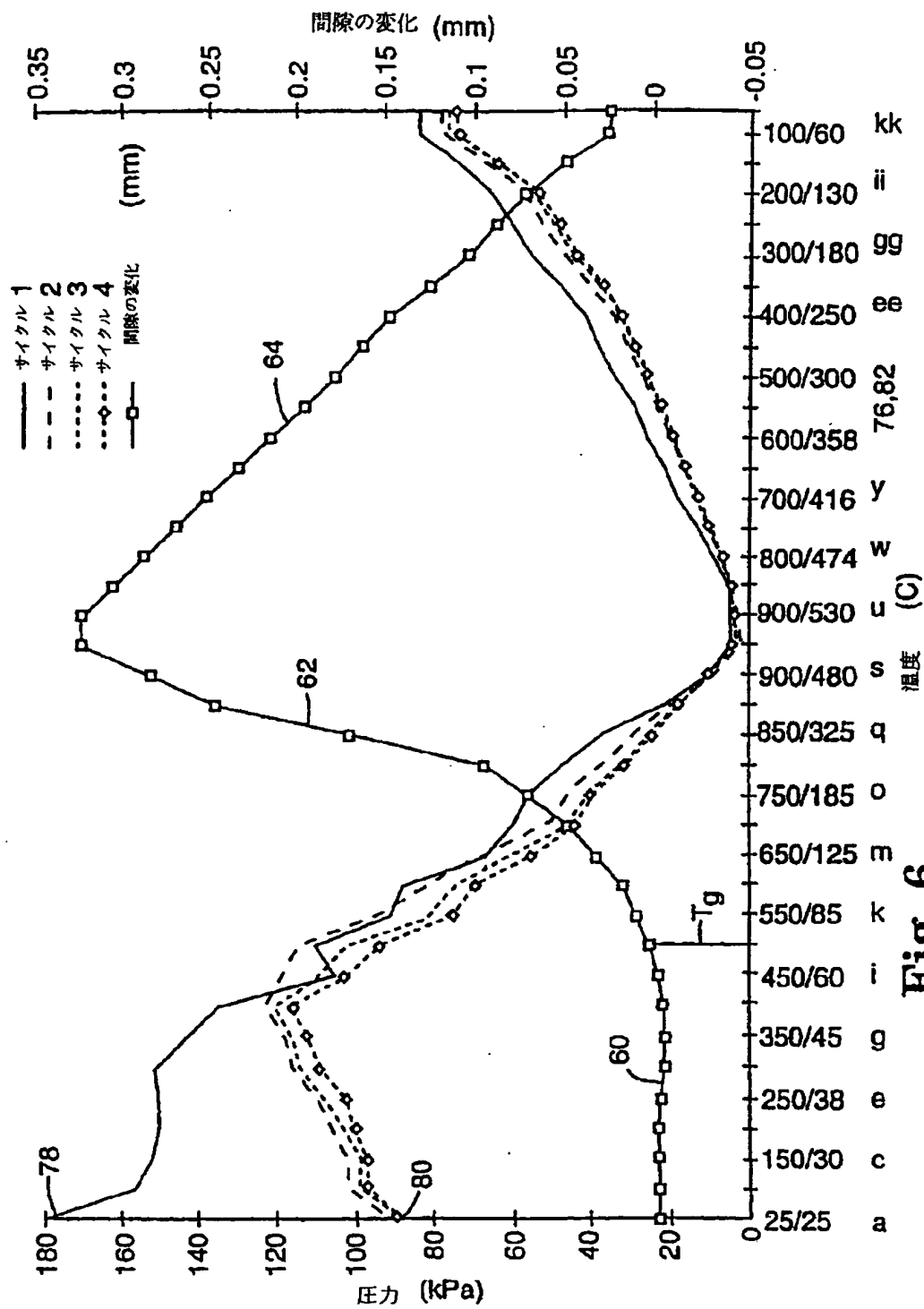


Fig. 6

【図 7】

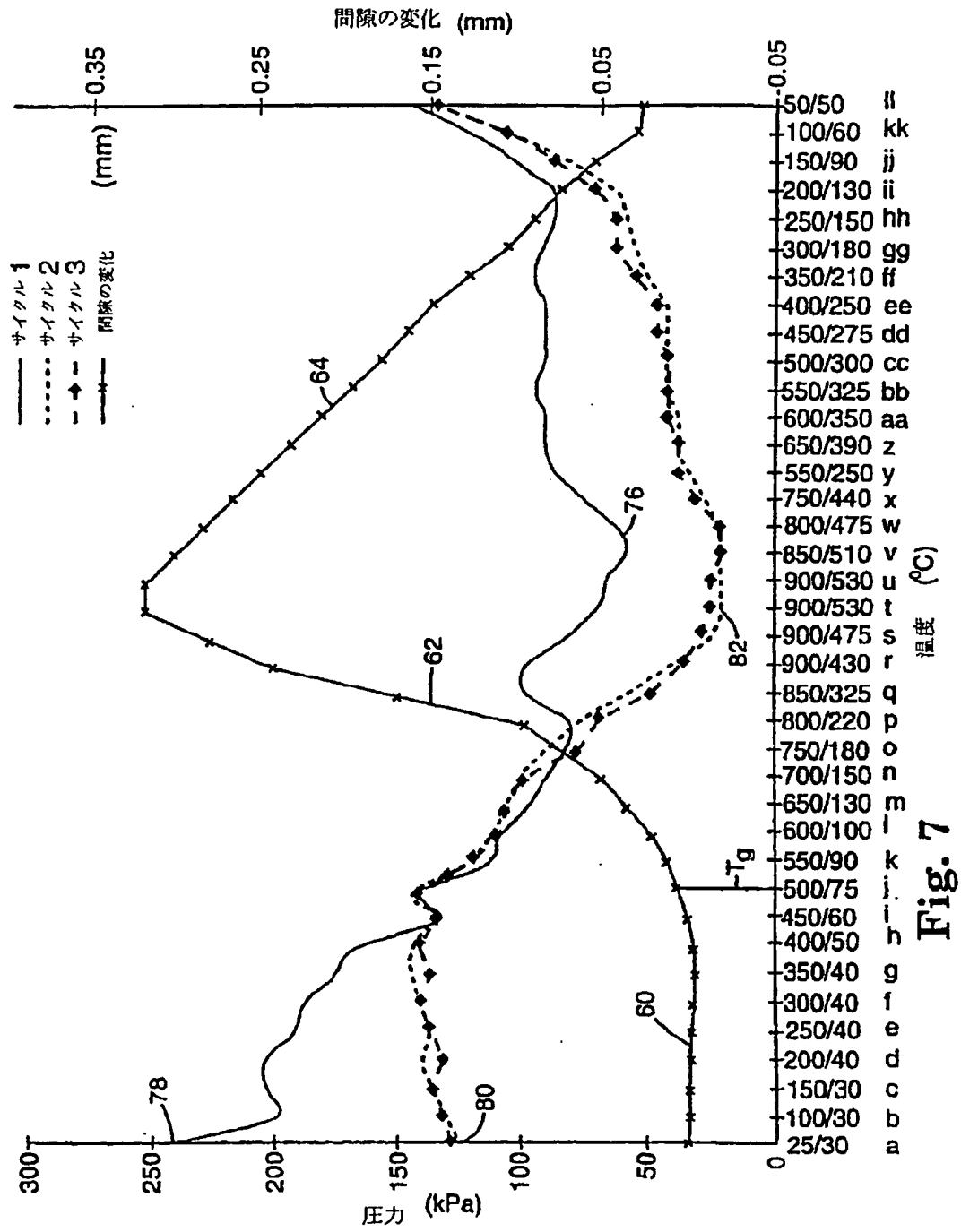


Fig. 7

【図8】

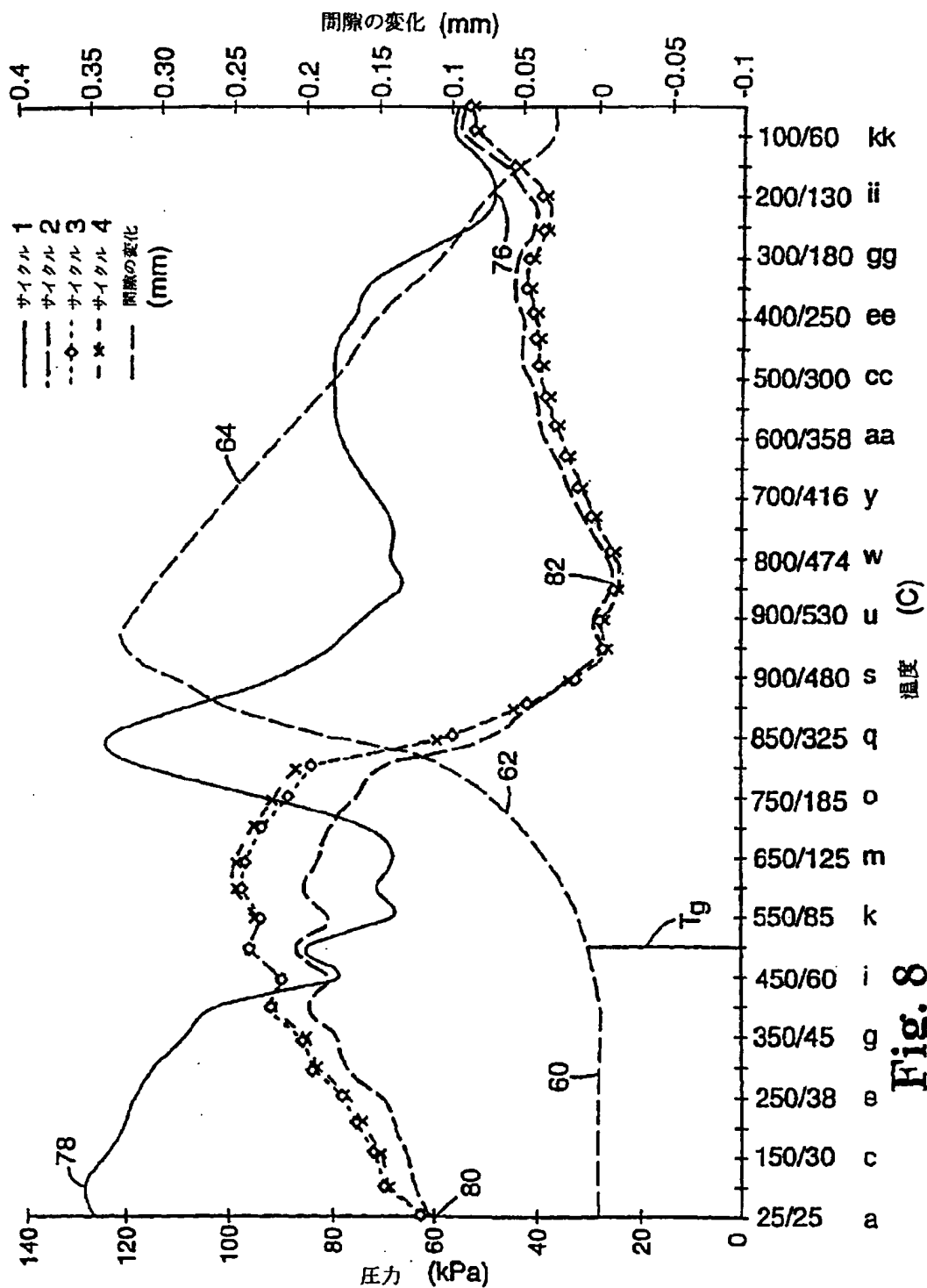


Fig. 8

【図 9】

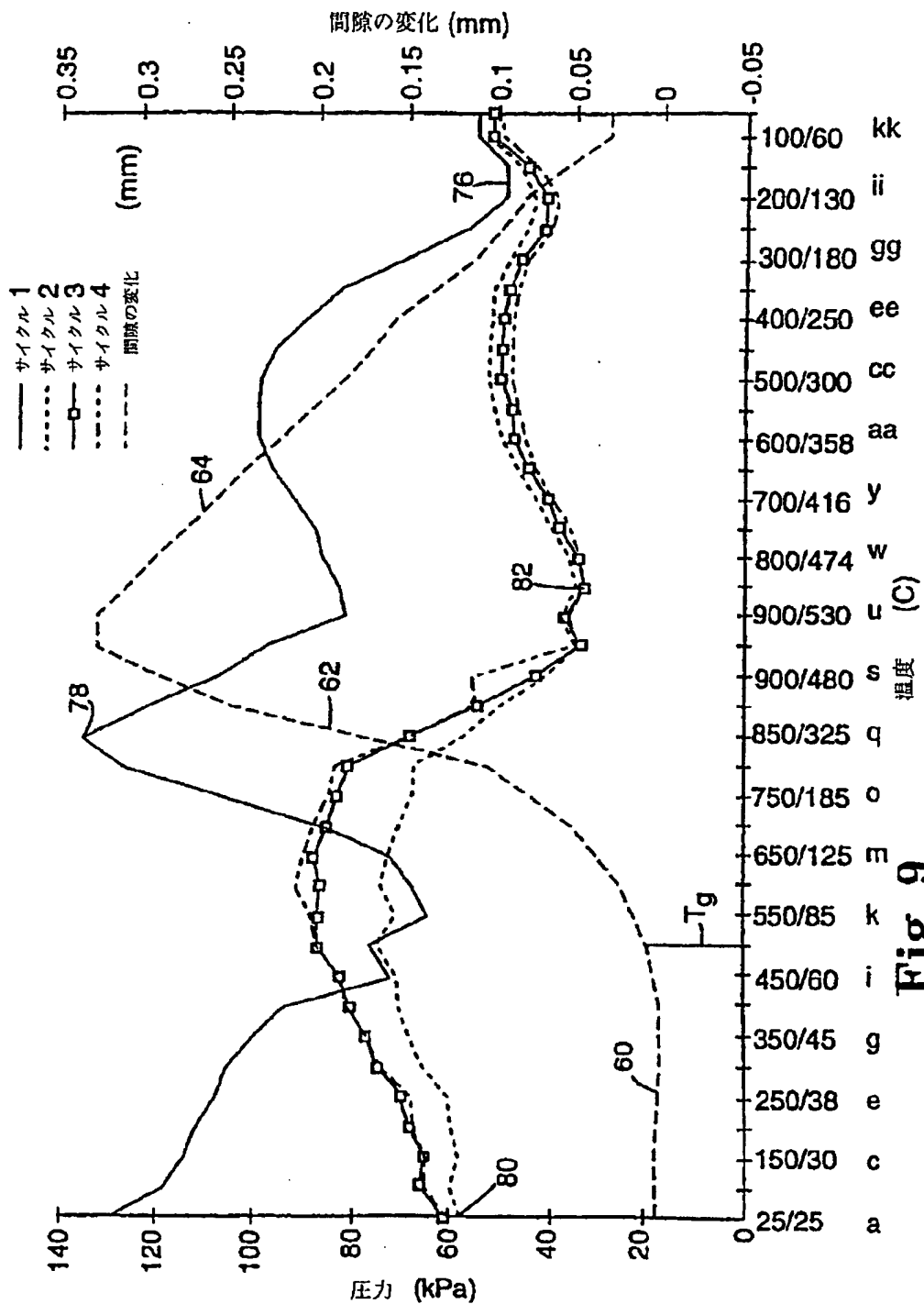


Fig. 9

【図10】

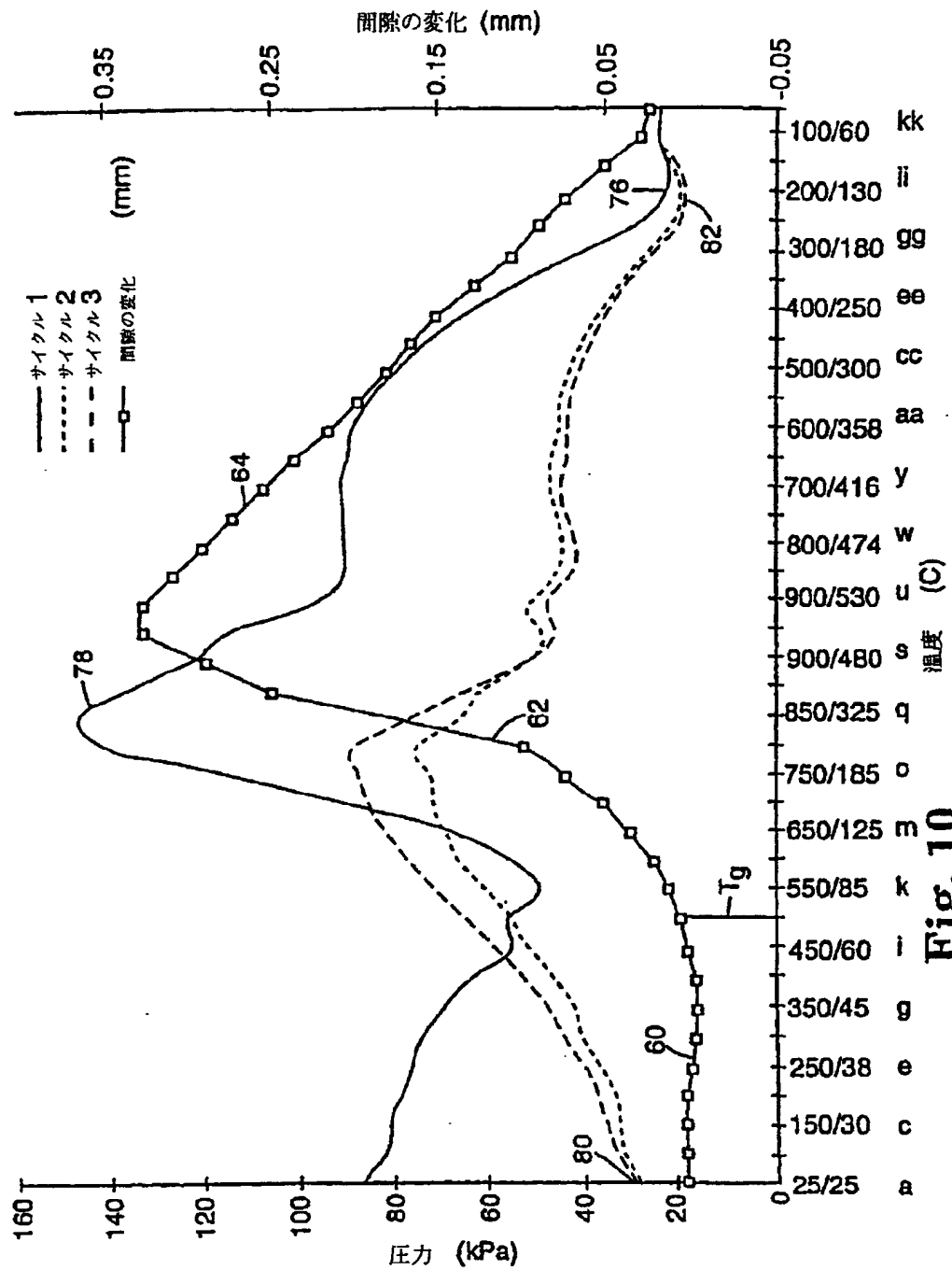


Fig. 10



【図12】

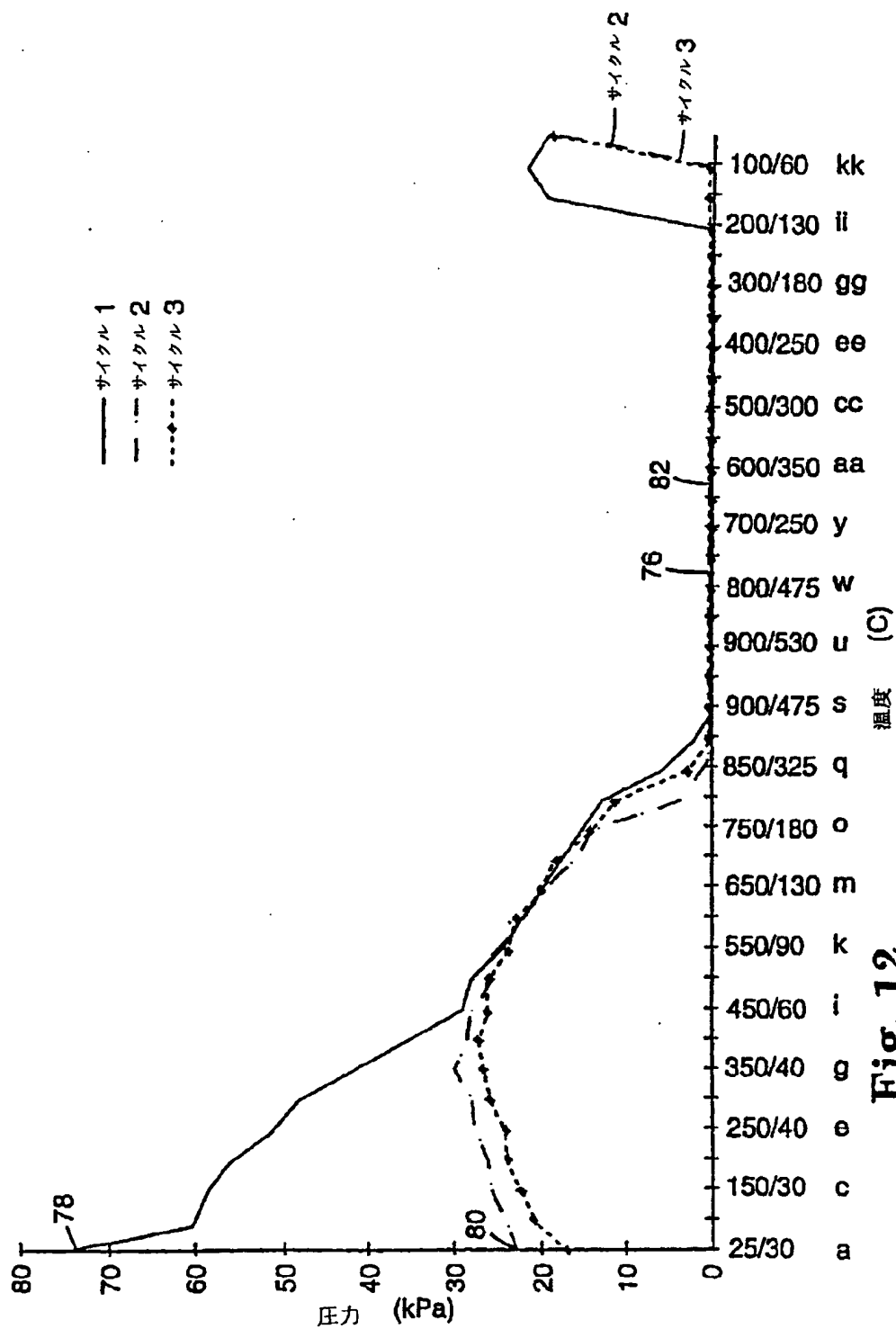


Fig. 12
PRIOR ART

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No. PCT/US 98/01055	
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 6 F01N3/28 F01N3/02 B32B5/02	
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC	
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 F01N	
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched	
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)	
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages
Y	EP 0 579 956 A (CORNING INC) 26 January 1994
A	see column 7, line 41 - line 5 see column 9, line 57 - column 10, line 20; figures
Y	US 4 600 634 A (LANGER ROGER L) 15 July 1986
A	cited in the application see column 3, line 3 - column 4, line 42 see column 9, line 39 - line 60
	--- -/--
	Relevant to claim No. 1-3,6,8, 9,13, 38-41, 10,11, 18,32 1-3,6,8, 9,13, 38-41, 42,43
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.	
<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.	
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document relating to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "Z" document member of the same patent family	
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
7 May 1998	26/05/1998
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.O. 5818 Patentplatz 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040. Tx. 31 631 epo nl. Fax (+31-70) 340-3016	Authorized officer Sideris, M

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inform: al Application No
PCT/US 98/01055

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 008, no. 083 (M-290), 17 April 1984 & JP 59 000519 A (NIPPON ASBESTOS KK), 5 January 1984, see abstract ---	1
A	US 4 865 818 A (MERRY RICHARD P ET AL) 12 September 1989 cited in the application see column 2, line 49 - column 3, line 51; figures ---	1,8,9, 15,37
A	US 5 254 410 A (LANGER ROGER L ET AL) 19 October 1993 cited in the application see column 6, line 15 - line 35; figures ---	10
A	UMEHARA ET AL.: "Design Development of High Temperature Manifold Converter Using Thin Wall Ceramic Substrate" SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS, no. SAE971030, 1997, USA, pages 123-129, XP002064316 cited in the application see the whole document ---	1
A	EP 0 319 299 A (MINNESOTA MINING & MFG) 7 June 1989 see page 3, line 49 - page 10, line 1; figures ---	8,9
A	US 5 384 188 A (LEBOLD ALAN R ET AL) 24 January 1995 see abstract ---	11
A	US 4 285 909 A (MIZUSAWA SHINICHIRO ET AL) 25 August 1981 see column 2, line 16 - line 31 ---	12
A	EP 0 639 702 A (MINNESOTA MINING & MFG) 22 February 1995 cited in the application ---	
A	EP 0 429 246 A (GRACE W R & CO) 29 May 1991 ---	

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

Internat'l Application No
PCT/US 98/01055

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0579956 A	26-01-1994	US 5376341 A JP 6101466 A	27-12-1994 12-04-1994
US 4600634 A	15-07-1986	CA 1280243 A DE 3688435 D DE 3688435 T EP 0190909 A JP 61179400 A CA 1219103 A EP 0132936 A JP 2044443 C JP 7072400 B JP 60027639 A	12-02-1991 24-06-1993 04-11-1993 13-08-1986 12-08-1986 17-03-1987 13-02-1985 09-04-1996 02-08-1995 12-02-1985
US 4865818 A	12-09-1989	AU 608337 B AU 1895988 A CA 1304298 A JP 1066412 A	28-03-1991 23-02-1989 30-06-1992 13-03-1989
US 5254410 A	19-10-1993	CA 2103706 A DE 69210602 D DE 69210602 T EP 0580743 A ES 2086740 T JP 6506662 T WO 9218435 A	19-10-1992 13-06-1996 05-12-1996 02-02-1994 01-07-1996 28-07-1994 29-10-1992
EP 0319299 A	07-06-1989	AU 2514588 A CA 1310275 A DE 3872186 D JP 1190910 A KR 9701438 B	08-06-1989 17-11-1992 23-07-1992 01-08-1989 06-02-1997
US 5384188 A	24-01-1995	EP 0706979 A US 5482686 A	17-04-1996 09-01-1996
US 4285909 A	25-08-1981	JP 871106 C JP 49007158 A JP 51048529 B	20-07-1977 22-01-1974 21-12-1976

Form PCT/ISA/210 (patent family annex July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/US 98/01055

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0639702 A	22-02-1995	JP 7069751 A	14-03-1995
EP 0429246 A	29-05-1991	US 5079280 A	07-01-1992
		CA 2028219 A	16-05-1991
		US 5116537 A	26-05-1992

Form PCT/ISA210 (patent family annex) (July 1992)

フロントページの続き

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AP(GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, GM, GW, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW

(72)発明者 ハワース, ケイリー エフ.

アメリカ合衆国, ミネソタ 55119, セント
ポール, ノース マックナイト ロード 167 #105

This Page Blank (uspto)